Untersuchungen zur Ermittlung optimaler stationärer und dynamischer Betriebsbedingungen für kontinuierlich arbeitende Destillationskolonnen

Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Georg-August-Universität zu Göttingen

vorgelegt
von
Günter Hiller
aus Bromberg/Westpreußen

Göttingen 1968

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41544311_0028

Untersuchungen zur Ermittlung optimaler stationärer und dynamischer Betriebsbedingungen für kontinuierlich arbeitende Destillationskolonnen

Dissertation

zur

Erlangung des Doktorgrades

der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der Georg-August-Universität

zu Göttingen

vorgelegt von

Günter Hiller

aus Bromberg / Westpreußen

Göttingen 1968

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

D 7

Referent: Prof.Dr. H.Gg. Wagner
Korreferent: Prof.Dr. W. Jost

Tag der mündlichen Prüfung: 13.12.1968

Herrn Prof. Dr. W. Jost und Herrn Prof. Dr. H.Gg. Wagner danke ich für die Anregung und stete Förderung dieser Arbeit sowie für viele fruchtbare Ratschläge und Hinweise.

Herrn Dr. P. Heinke bin ich für viele Diskussionen und seine tatkräftige Unterstützung zu großem Dank verpflichtet. Allen Kollegen, sowie den Herren der Glasbläserei und der Werkstatt spreche ich meinen Dank für die gewährte Hilfe aus.

Der Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (AIF) sowie dem Fond der chemischen Industrie sei für die finanzielle Unterstützung der Arbeit gedankt.

INHALTSVERZEICHNIS

		Seite
1	Einleitung	1
2	Die kontinuierliche Kolonne als Konzentrationsregelstrecke	2
3	Die Apparatur	5
	3.1 Bedienung der Kolonne	8
	3.2 Ausführung der Messungen	9
4	Sprungförmige Änderungen im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis	10
	4.1 Einfluß des Blaseninhaltes auf die Dynamik der Kolonne	15
5	Störungen in der Zulaufkonzentration	24
	5.1 Überschneidung der Übergangsfunktionen	24
	5.2 Erklärung des Überschneidungseffektes	32
	5.3 Stationäre und zeitliche Konzentrationsprofile	34
	5.4 Eigenwerte	41
6	Stellen maximaler Einstellzeit	50
7	Zuflußfunktionen	54
	7.1 Anbringung von Meßfühlern	55
	7.2 Bedeutung der Zuflußgröße für die Konzentrationsregelung	59
8	Verkürzung der Einstellzeit	62
	8.1 Durch "Überdestillation"	62
	8.2 Unter Gesichtspunkten des optimalen Betriebszustandes	62
	8.3 Nach einer Konzentrationsstörung im Zulauf	66
9	Zusammenfassung	69
10	Literatur- und Symbolverzeichnis	72

1 Einleitung und Aufgabenstellung

Die kontinuierlich arbeitende Kolonne, bei der die Zuführung des zu trennenden Gemisches an einer Stelle zwischen oberem und unteren Kolonnenende erfolgt, stellt eine der wichtigsten Trennanlagen der chemischen Industrie dar. Diese sonst so vorteilhafte Betriebsart erschwert jedoch per se - durch die zusätzlichen Parameter des Zulaufs - die Optimierung und Regelung des Trennprozesses, beides unerläßliche Voraussetzungen wirtschaftlichen Arbeitens und daher ein Hauptanliegen der Verfahrenstechnik. Eine Optimierung ist letztlich eine Kostenfrage, sie beruht jedoch in jedem Falle auf der Kenntnis des Regelverhaltens des betreffenden Systems.[1)]

Bei einer Kolonne mit Abtriebs- und Verstärkerteil gestaltet sich dieses Verhalten, bedingt durch eine Kopplung mehrerer Regelkreise, besonders verwickelt, so daß optimale Regelvorgänge wohl nur in den seltenster Fällen auf eine kombinierte Änderung mehrerer Regelgrößen verzichten können. Es ist daher erst dann möglich, das komplizierte Zusammenspiel der Betriebsvariablen zu klären und zu beherrschen, wenn die Funktionen der Einzelparameter beim Gesamttrennvorgang hinreichend bekannt sind. Besonders ist dazu die Kenntnis des dynamischen Verhaltens der Kolonne bei Änderung der wichtigsten Regelgrößen Voraussetzung, nämlich

a) des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses

b) der Zuflußmenge

ohne, bzw. bei Einwirkung der interessantesten Störgröße, der Zuflußkonzentration. Und erst dann ist wiederum die Auswahl geeigneter Meß-, Regel- und Steuereinrichtungen möglich.

Wie die jüngste Entwicklung zeigt[2)], ist die Aufgabe, das dynamische Verhalten von Kolonnen auf großen Analogrechnern zu simulieren, immer zeit- und kostenaufwendiger geworden, so daß ihre Anwendung nur in speziellen Fällen ratsam erscheint.

ur Erschließung allgemeiner Zusammenhänge ist sie, da unwirtschaftlich und rein theoretischer Natur, nicht geeignet. Die vorliegende Untersuchung hatte deshalb die Aufgabe, mit vertretbarem Aufwand das dynamische Verhalten von Füllkörperkolonnen der allgemein kontinuierlichen Betriebsweise zu klären und zu systematisieren, Informationen für die Anbringung von Meß- und Steuergeräten zu erhalten und Zusammenhänge mit theoretischen Überlegungen zu erschließen, die bereits für reine kontinuierliche Verstärkersäulen entwickelt wurden[3,4] und sich auch auf kontinuierliche Füllkörperkolonnen mit Abtriebs- und Verstärkerteil übertragen lassen sollten.

2 Die kontinuierliche Kolonne als Konzentrations-Regelstrecke

Eine kontinuierlich arbeitende Trennsäule mit seitlichem Zulauf stellt regelungstechnisch ein sehr empfindliches System dar, da die meisten ihrer zugehörigen "Unterregelkreise" gekoppelt sind und so die Gefahr der Schwingungserregung und -übertragung auf die kommunizierenden Regler recht groß ist. Zur Kolonne gehören folgende Einzelkreise:

a) Zulauf
b) Wärmeaustauscher für a)
c) Verdampfer
d) Standregelung (Sumpf)
e) Rückfluß
f) Adiabatische Mäntel
g) Standregelung (Kopf)

Bei technischen Anlagen entfällt der Regelkreis f), im Laboratoriumsmaßstab dagegen meist Kreis g).
Unter Regelung von Destillationskolonnen versteht man im allgemeinen nur die Beherrschung aller Einzelkreise, ihre Absicherung gegen Schwingungserregung und -Kopplung und eine weitgehende Automatisierung bis hin zur sog. "Einknopfbedienung"[u.a.5]. Zu diesen Problemen liegt bereits eine umfangreiche Literatur vor[u.a. 6-12].

Demgegenüber liegt die Handhabung der Kolonne als Konzentrationsregelstrecke noch weitgehend im Dunkeln. Das ist erklärlich, da die Konzentrationsregelung die Beherr-

schung der Einzelkreise vorausgesetzt und über die funktionelle Abhängigkeit der Trennleistung von den einzelnen Regelgrößen nur wenig bekannt ist. Überdies könnten Automatisierung und Optimierung dieses Systems nur mit einem Prozeßrechner als eigentlichem Hauptregler der Kolonne gelingen, dem die Einzelregler angeschlossen sind, schematisch:

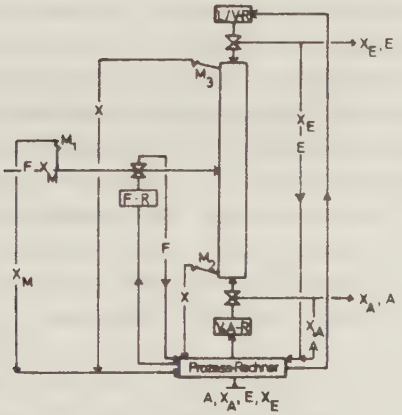


Abb. 1

Erst seit kurzem verwendet die chemische Großindustrie mit großem Erfolg Anlagen dieser Art[24], jedoch ausschließlich beim Vorliegen stark variierender Betriebsbedingungen oder -forderungen. Erst dann lassen sich die hohen Kosten derartiger Kolonnen voll rechtfertigen. Für eine nahezu stationäre Betriebsweise ist ein Prozeßrechner unrentabel. Meßfühler ($M_{1,2,3}$) erfassen die Konzentrationen im Zufluß, im Verstärker- und Abtriebsteil und erlauben eine kontinuierliche Betriebsüberwachung. Anzahl und Anbringungsort der Meßgeräte werden nach Dimensionierung und Verwendungszweck der Anlage verschieden sein.[25,26]

Der Speicher des Prozeßrechners - das "Gehirn" der Anlage - enthält zeitliche und stationäre Konzentrationsprofile sowie die Anreicherungsfunktionen der einzelnen Parameter. Er-

rechnete Stellgrößenänderungen zur Dämpfung einer Störung, Optimierung des Trennvorganges oder zur Neueinstellung eines Profiles werden gleichzeitig oder partiell, stationär oder zeitlich begrenzt an die Unterregler (Zufluß, Dampf und Ablauf, Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis) weitergegeben. Sie sorgen für die Konstanz dieser Werte und werden darin vom Rechner kontrolliert.

Die Funktionstüchtigkeit einer so automatisierten Kolonne beruht also einmal auf der Stabilität der Unterregler, zum anderen auf der exakten Kenntnis der möglichen stationären und zeitlichen Profile sowie der Anreicherungsfunktionen der Betriebsvariablen. Bei der experimentellen Untersuchung dieser Probleme konnten an den aufgeführten Regelkreisen (S. 2) noch folgende Vereinfachungen vorgenommen werden:

a) auf eine Regelung des Wärmeaustauschers nach dem Fallbügelprinzip wurde verzichtet. Eine empirische Handregelung brachte bessere Ergebnisse.

b) die Regelung des Verdampfers (Heizspiralen) übernahm bei jeweils gleicher Einstellung ein Spannungskonstanter. Der Durchsatz lag wenig unter dem Flutpunkt, dem Wunsch nach maximaler Kopfproduktmenge entsprechend.

Der Aufbau der Kreise e) und f) wurde bereits früher ausführlich beschrieben[21], die übrigen werden im folgenden Abschnitt beschrieben.

Vermerkt sei noch, daß sich zu dynamischen Problemen dieser Art in der Literatur relativ wenig Anhaltspunkte finden,[24-26] die experimentelle und theoretische Erfassung von Störungsauswirkungen auf den Betriebszustand wird dagegen vor allem an Bodenkolonnen beschrieben[13-18]. In der Aufstellung mathematischer Modelle für diesen Kolonnentyp scheint sogar ein gewisser Abschluß erreicht zu sein[19,20]. Diese Ergebnisse lassen sich aber im allgemeinen nicht ohne weiteres auf Füllkörperanlagen übertragen, außerdem wurden Anzahl der Versuche und Störgrößen meist sehr klein gehalten, so daß sich systematische Aussagen über das dynamische Verhalten nicht ergeben konnten.

Speziell für Füllkörperkolonnen dieser Betriebsweise liegt noch kein veröffentlichtes Material vor.

3 Die Apparatur

Auf eine Beschreibung des eigentlichen Trennrohres sowie des Testgemisches kann verzichtet werden, da darüber bereits mehrfach berichtet wurde[3,22]. Für die allgemein kontinuierliche Betriebsweise mußte jedoch eine Zubehöranlage entworfen, gebaut und erprobt werden, die auch im Laboratoriumsmaßstab nicht nur die Einhaltung der Massenbilanzen der Kolonne gewährleistete, sondern auch die Untersuchung aller erörterten dynamischen Probleme ermöglichte.
Abb. 2 zeigt die Apparatur in einer Gesamtansicht.

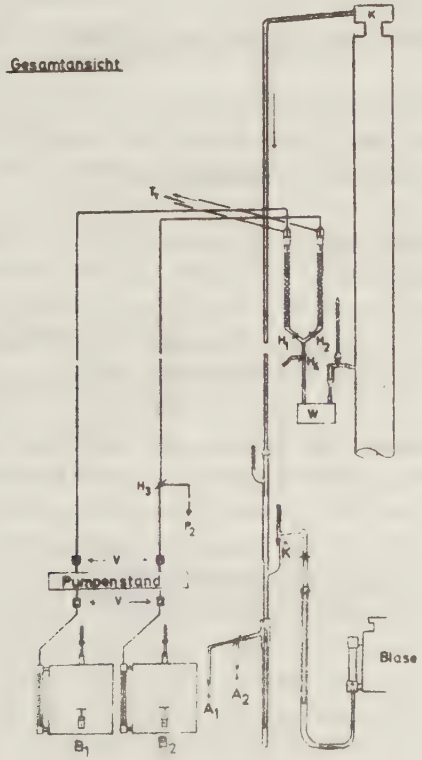


Abb. 2

Für Untersuchungen des dynamischen Verhaltens durch sprungartige Störungen im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis mußten im einzelnen folgende Forderungen, die sich in erster Linie aus den Stabilitätsbedingungen der Regelkreise ergaben, erfüllt werden:

a) Konstanz des Zulaufs bei jeder Fördermenge über die gesamte Versuchsdauer; konstante Zuflußkonzentrationen; gute Reproduzierbarkeit
b) Konstanter Durchsatz; gute Reproduzierbarkeit
c) Definierte Werte des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses Bei Ausdehnung der Experimente auf sprungförmige Störungen der Zuflußmenge und der -konzentration ergibt sich noch die Forderung:
d) Minimale Übergangsfraktion

Die letzte Bedingung ist wichtig, da bei der sprungförmigen Änderung eines Parameters der Ausgangspunkt exakt erfaßt werden muß.

Experimentell am schwierigsten gestalten sich die Störungen der Zulaufkonzentration.Die Beschreibung der Apparatur und ihrer Bedienung orientiert sich deshalb hauptsächlich an dieser Störart.

Das Kernstück der Anlage, das Dosiersystem des Zuflusses, bestand aus einem Pumpenstand, der speziell für unsere Probleme konstruiert wurde (Abb. 3). Die Hubzahl wurde mit einem Rührmotor eingestellt, dessen Drehzahlen pro Zeiteinheit in jedem gewünschten Bereich über die Versuchszeit praktisch konstant waren.

Die Bedingung d) bestimmte das gesamte Leitungsbild und führte zur Wahl von zwei Fördereinheiten, jeweils eine für jede Zulaufkonzentration, die jedoch verzögerungsfrei bei gleicher Fördermenge die sprungförmige Störung gestatten mußten. Die Einheit Kolben + Hubkammer bestand aus einer 1 cm^3-Ganzglasspritze mit Edelstahlkonus. Bei sorgfältiger Justierung arbeiteten diese Spritzen blasenfrei und ohne größeren Glasabrieb. Der Kolbenhub sollte an sich durch das aufgesetzte T-Stück der Pleuel-Stange konstant sein, Messungen zeigten aber, daß die Fördermengen der Spritzen voneinan-

der abwichen. Diese kleinen Korrekturen wurden dann empirisch über die Stellschrauben der beiden Mitnehmer vorgenommen. Die Fördermenge selbst betrug ca. 0,8 cm^3/Hub.

Ein großes Problem stellten die Ventile (V) dar. Die Agressivität des Testgemisches (Benzol-Trichloräthylen, α= 1,227) ließ nur die Verwendung von Edelstahl und Teflon zu. Die stets vorhandenen mechanischen Verunreinigungen, vor allem Glasabrieb aus der Kolonne, erzwangen, die Dichtungsfläche sehr klein zu halten und präzise auf die Platte einzupolieren. In Abb. 3 ist ein Ventilquerschnitt dargestellt.

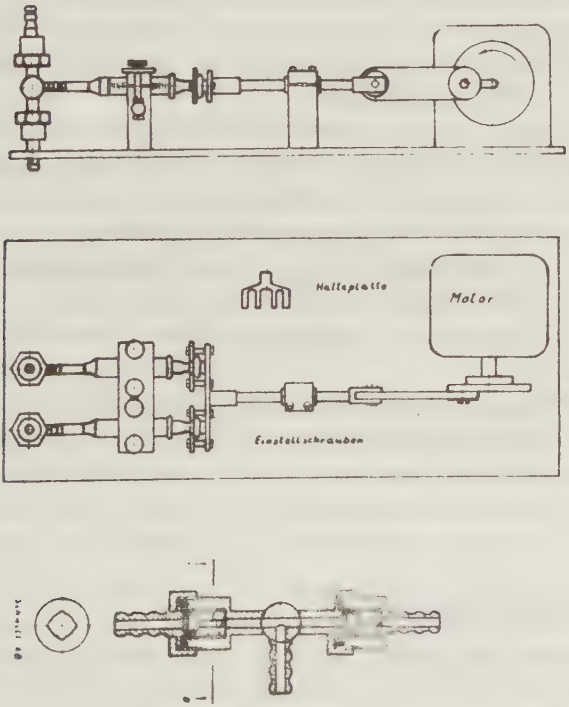


Abb. 3

Zur Entfernung etwaig eingedrungener Luftblasen wurde der gesamte Pumpenstand geneigt eingebaut. Die Ventile stehen annähernd senkrecht.

Wie die Tabellen I und III zeigen, ist innerhalb der Fehlergrenzen die Forderung a) durch diese Apparatur sehr gut erfüllt worden. Bedingt durch d), mußten, da die Zuführstelle in der Kolonnenmitte vorgegeben war, die Umschaltstellen der Zulaufkonzentrationen sehr dicht an den Einlauf verlegt werden. Allen daraus sich ergebenden Forderungen wurde Rechnung getragen. Die Übergangszeit und damit auch die Übergangsfraktion konnte auf ca. 30 - 45 sec. beschränkt werden.
Die diskontinuierliche Förderung der Pumpen wird durch U-förmige Rieseltürme (Füllkörperfüllung) ausgeglichen. Auf diese Weise läuft ein geglätteter kontinuierlicher Stoffstrom in die Kolonne. Zum Druckausgleich sind die Türme an Trockenrohre (Tr) angeschlossen.
Die Blase besteht aus Edelstahl und faßt ca. 2 Liter. Ein verschiebbares Überlaufsystem ermöglicht es, jeden gewünschten Füllstand definiert vorzugeben. Das Problem der Standregelung im Sumpf ist so auf einfache und sichere Art gelöst worden. Die Leitungen für Kopf- und Sumpferzeugnis wurden vereinigt. Die Verbindung mußte in ihrer Höhe variabel sein, immer dem Staudruck, damit dem gewünschten Durchsatz, entsprechend.
Die beiden Testgemische verschiedener Konzentration werden aus Edelstahlbehältern angesaugt (s. Abb. 2). Das Fassungsvermögen der Behälter betrug 17 l. Bei sprungförmigen Änderungen des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses wurde stattdessen ein 40 l Behälter eingesetzt.

3.1 Bedienung der Kolonne

Die Beschreibung der Anfahrvorgänge liegt ebenfalls an anderer Stelle vor[22,23], so daß hier darauf verzichtet werden kann. Das Verfahren beim Konzentrationssprung ist - soweit es sich im Pumpenstand abspielt - einfach. Spritze 1 fördert

Über H_1 in die Kolonne, H_2 ist geschlossen. Über den Mitnehmer 2 wird jetzt auch Spritze 2 in Betrieb genommen. Das Testgemisch sammelt sich im Rieselturm, H_2 wird geöffnet, H_1 geschlossen, dann der Mitnehmer 1 abgezogen. Gewisse Erfahrung erfordert dagegen das Umstellen des Wärmeaustauschers (W). Die Heizleistung eines Austauschers bedarf bei Gemischen stark verschiedener Konzentration und mit unterschiedlichen Verdampfungswärmen der Einzelkomponenten jeweils anderer Einstellung. Gerät die Regelung des Austauschers im Augenblick des Umschaltens außer Kontrolle, so kann entweder die Wärmebilanz der Einlaufstelle zu stark gestört werden - das neue Gemisch ist zu kalt bzw. überhitzt - oder es kann darüber hinaus der Zulauf zeitweilig ganz aufhören - das neue Gemisch siedet dann im Austauscher. In jedem Fall ist dann der Beginn des sich neu einstellenden Profiles nicht eindeutig definiert.
Die Kopf- und Sumpfprodukte, die über A_1 bzw. A_2 abgezogen werden, weichen - bis auf den stationären Fall - stets mehr oder weniger von ihrer Ausgangskonzentration ab. Entweder wird die alte Konzentration dann durch Zusatz reiner Komponenten wieder hergestellt oder - falls diese nicht ausreichend zur Verfügung stehen - es bedarf der vorhergehenden Auftrennung der angefallenen Gemische. Über H_3, mit einer Pumpe gleicher Art (P_2) und nach Entkopplung von Kopf- und Blasenprodukt bei K, ist ein Betrieb als kontinuierliche Trennkolonne möglich.

3.2 Ausführung der Messungen

Die Untersuchungen umfaßten im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis jeweils den Bereich von 1,0 - ca. 0,82, entsprechend einem Rücklaufverhältnis von ∞ bis 4,5. Für jeden Versuch wurde die Änderung der Konzentrationen an allen 5 Meßstellen in Abhängigkeit von der Zeit verfolgt (Blase x_A, I, II, III, Kopf x_B) und refraktrometrisch analysiert. Die Probenahme an

den fünf Meßstellen erstreckte sich über ca. 3 Min. Die Auswertung berücksichtigt dies Intervall. Zur Zuordnung Packungshöhe - Meßstelle, siehe[3,4].
Die geförderte Zuflußmenge wurde durch Messung des pro Zeiteinheit fließenden Stoffstroms bei E_4, der Durchsatz in der gleichen Art am Kolonnenkopf bestimmt.
Der Blaseninhalt blieb jeweils bei einer Störart für alle Versuche konstant. Bei Störungen im Rückflußverhältnis betrug er zunächst ca. 500 cm^3, nach Untersuchungen über den Einfluß dieser Größe auf die Dynamik der Kolonne (s.Kap. 4.1), wurde für die folgenden Störversuche der Zuflußkonzentration eine weitere Idealisierung, d.h. Verringerung auf ca. 330 cm^3 vorgenommen. Dieser Wert stellt gleichzeitig das Minimum der Sicherheitsreserve dar, die für den Fall evtl. Störungen bei den angegebenen Durchsätzen unbedingt vorhanden sein sollte.
Der mittlere Betriebsinhalt der Kolonne liegt demgegenüber bei 10-11 Mol Gemisch[3].

4 Sprungförmige Änderungen im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis

Neben vielen Experimenten, die der ersten Übersicht dienten[23], wurde bei einem Durchsatz von 84,5 ± 2 Mol/h eine systematische Versuchsserie mit konstanten Werten von F: 0,36 Mol min^{-1} und x_M: 50 Mol-%-Benzol aufgenommen. Hauptsächlich kam es dabei auf die Art der Abhängigkeit des ersten Eigenwertes von L/V an, da bei einem Zeitgesetz der Form[4]

$$x(z,\infty)-x(z,t) = \sum_4 \varepsilon_n w_n(z)\, e^{-\frac{\lambda_n}{H} t}$$

allein der erste Term zeitbestimmend und somit von entscheidender Bedeutung für das Zeitverhalten der Kolonne ist. Der Einfluß der höheren Terme kommt dagegen nur bei großen Konzentrationsabweichungen zwischen Ausgangs- und Endkonzentrationsprofil ins Spiel und klingt auch dann bereits nach kurzer Zeit ab.

Dazu wurde jeweils halblogarithmisch die Differenz der stationären und der zeitlichen Konzentrationen der einzelnen Meßstellen $[x(\infty) - x(t)] \cdot 10^2$ in Mol-%-Benzol gegen die Zeit aufgetragen und aus der Steigung der erste Eigenwert ermittelt. Der Kurvenverlauf aller Meßstellen mündet nach endlichen Zeiten in parallele Geraden ein, so daß dieser experimentelle Befund in Übereinstimmung mit der - zunächst für die reine Verstärkersäule entwickelten - Theorie steht und sich ergo durch einen ähnlichen Ansatz beschreiben lassen muß.

Aus den Ergebnissen dieser Versuche, siehe Tabelle Ia und Abb. 4, sieht man, daß die Funktionskurve λ^1/H als f (L/V) einen ähnlich charakteristischen Gang aufweist, wie er schon bei der reinen Verstärkersäule gefunden wurde, d.h. die Eigenwerte durchlaufen ein Minimum. Dieser ausgezeichnete Bereich liegt bei dieser Betriebsart unter den angegebenen Bedingungen jedoch näher am Wert für das Mindestrücklaufverhältnis als bei L/V-Werten nahe 1,0, ganz im Gegensatz zur Verstärkersäule. Unter dem Minimalwert sei im folgenden stets dasjenige Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis verstanden, das aufgrund der Massenbilanzen nicht unterschritten werden darf, will man ein Leerlaufen der Anlage vermeiden.

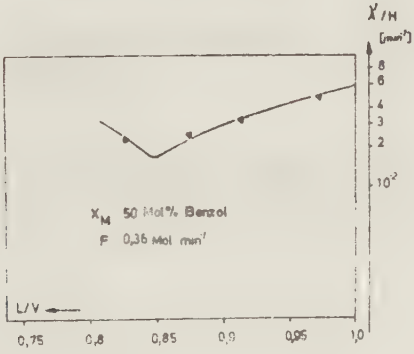
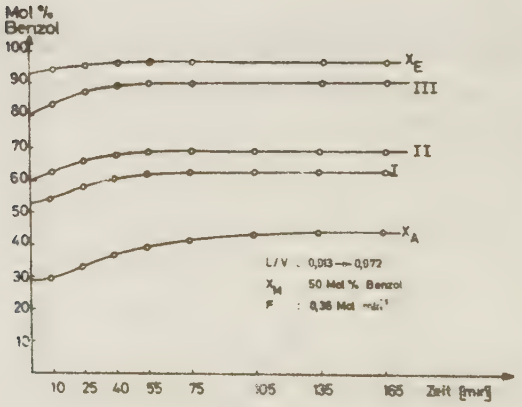


Abb. 4

Die praktisch wichtigsten Meßstellen sind die Kolonnenenden x_E und x_A, entsprechend den Produkten von Kopf und Blase. Die Übergangsfunktionen an diesen Stellen unterscheiden sich bei Störungen im Rückflußverhältnis charakteristisch, unabhängig von der Richtung und Größe der sprungförmigen Änderung, und zwar weist die Funktion des Ablaufs stets ein Verzögerungsglied auf, während der Kopf spontan reagiert. Die Anfangssteigung der Kopffunktion ist der Störgröße direkt proportional. Dieser Unterschied im Funktionsverlauf ist einleuchtend, da einmal der Kolonnenkopf der Ausgangsort der Störung ist, zum anderen auch der Blaseninhalt dämpfend wirken kann. Typische Beispiele zeigen die Abbildungen 5 - 7.



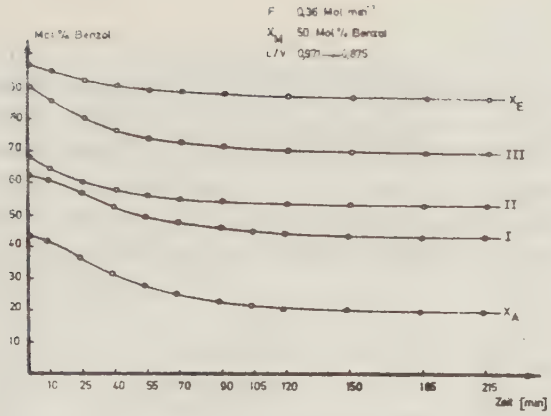


Abb. 6

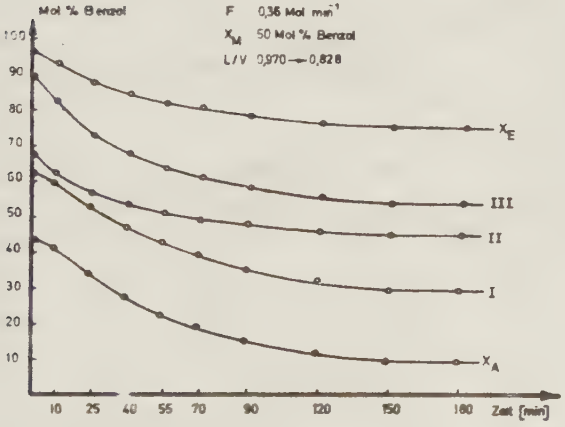


Abb. 7

Durch diese systematischen Versuche konnte ebenfalls die Abhängigkeit der erreichbaren stationären Anreicherung von der Füllkörperpackungshöhe und dem Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis für die angegebenen Werte von F, V und x_M festgestellt werden.

Serie I

Sprungförmige Störungen im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis

Betriebsparameter und Eigenwerte

a) Betriebsinhalt der Blase: 500 cm^3

L/V	V	F	x_M	x_A	x_E	$\frac{\lambda 1}{H}$	
	Mol min^{-1}		Mol-%-Benzol			min^{-1}	Dimension
0,972	1,419	0,36	49,9	44,0	96,9	$4,97 \cdot 10^{-2}$	
0,913	1,419	0,36	49,9	28,8	92,8	$3,3 \cdot 10^{-2}$	
0,875	1,419	0,36	49,9	19,5	87,1	$2,52 \cdot 10^{-2}$	
0,828	1,376	0,362	50,0	9,2	75,2	$2,35 \cdot 10^{-2}$	

b) Betriebsinhalt der Blase: 150 cm^3

L/V	V	F	x_M	x_A	x_E	$\frac{\lambda 1}{H}$			
	Mol min^{-1}		Mol-%-Benzol			min^{-1}			Dimension
						x_A	I	II, III, x_E	
0,972	1,449	0,359	50,0	44,0	96,8	$1,92 \cdot 10^{-2}$	$3,52 \cdot 10^{-2}$	$4,88 \cdot 10^{-2}$	
0,875	1,449	0,359	50,0	19,5	87,1	$1,26 \cdot 10^{-2}$	$1,39 \cdot 10^{-2}$	$2,5 \cdot 10^{-2}$	

Der Funktionsverlauf der Abb. 8 wurde aus den Daten der Tab. Ia konstruiert. Dies Diagramm liefert ferner mit jedem Schnitt parallel zur Ordinate das Konzentrations- Orts (Höhe Füllkörperpackung)-Profil des zugehörigen Rückflußverhältnisses. Zum typischen Verlauf solcher stationärer und sich aus den Übergangsfunktionen ergebenden zeitlichen Profile siehe[23].

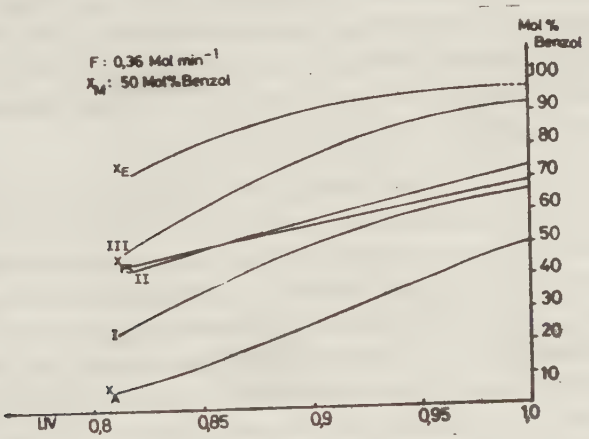


Abb. 8

4.1 Einfluß des Blaseninhaltes auf die Dynamik der Kolonne

Über den Einfluß des Blaseninhaltes auf die Einstellvorgänge einer Füllkörperkolonne ist praktisch nichts bekannt. Es läßt sich lediglich die triviale Feststellung treffen, daß von der Theorie her ein kleiner Blaseninhalt ideal ist, während seine Vergrößerung zu nichtidealen Betriebszuständen führen sollte. Wie bereits erwähnt, war dieser Parameter bei allen Versuchen konstant und in seiner Größe gegenüber dem Betriebsinhalt der Kolonne relativ gering.

Es lag also auf der Hand, zu versuchen, einen ersten Einblick in die Funktion dieser Größe für Einstellzeiten und Eigenwerte zu gewinnen, zumal die Klärung dieses Problems von erheblicher Bedeutung für die Praxis in Labor und Technik ist. Zu diesem Zweck wurden der Füllinhalt der Blase auf das Dreifache - 1,5 l - heraufgesetzt, so daß er jetzt beträchtlich über dem Betriebsinhalt der Säule lag, und unter sonst gleichen Bedingungen zwei Versuche nachvollzogen, bei denen vorher noch kein Einfluß dieser Größe auf die Eigenwerte festzustellen war, die Füllmenge der Blase sich also noch ideal verhielt. Dem nichtidealen Verlauf des jeweiligen Experimentes konnte so ein analoger idealer entgegengesetzt werden.

Die experimentellen Ergebnisse sind in Tabelle Ib zusammengestellt. In den Zeichnungen 9, 10 werden die Übergangsfunktionen von Blase, Meßstelle I und Kolonnenkopf einander gegenübergestellt, ferner ist die halblogarithmische Aufzeichnung eines nichtidealen Einstellvorganges enthalten. Erwartungsgemäß wirkt der hohe Füllstand vor allem auf den Einstellprozeß des Ablaufs verzögernd, so daß auch die Eigenwerte der Kolonnenblase stets die kleinsten sind. Die Trenngüte bleibt davon natürlich unberührt. Die stationären Konzentrationen sind die gleichen wie unter idealen Ablaufbedingungen. Der retardierende Einfluß der Blase klingt mit zunehmender Kolonnenhöhe stark ab und ist im Verstärkerteil nur noch schwach vorhanden. Nachzuweisen ist er in den Übergangsfunktionen (Abb. 9) und in den Einstellzeiten der oberen Meßstellen, die sich jedoch nur minimal vergrößerten. Da die Verstärkersäule in beiden Versuchen in sehr guter Übereinstimmung die gleichen idealen "ersten" Eigenwerte aufwies, kommt in diesem Kolonnenteil der Einfluß des nichtidealen

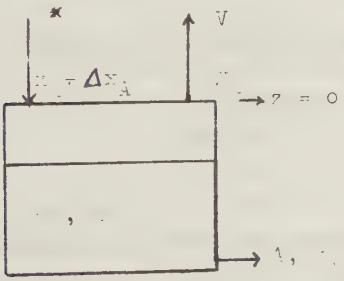
Blasenfüllstandes offenbar allein in den zugehörigen Eigenfunktionen $w_n(z)$ zum Ausdruck. Experimentell führt das dann zu den geringfügig verlängerten Einstellzeiten der Meßstellen im Verstärkerteil.

Die Verhältnisse in der Abtriebssäule sind verwickelter und bedürfen noch der weiteren Untersuchung. In halblogarithmischer Darstellung zeigen Ablauf und Meßstelle I andere Eigenwerte als der Verstärkerteil (Abb. 10). Wären dies tatsächlich die ersten Eigenwerte der Kolonne, so könnte von einer Ortsunabhängigkeit der Eigenwerte gleichen Terms nach dem Zeitgesetz

$$x(z,\infty) - x(z,t) = \sum_n g_n w_n(z) \; e^{-\frac{\lambda_n}{H} t}$$

nicht mehr gesprochen werden.

Die folgenden Überlegungen sichern die Annahme, daß Größe und Umwälzgeschwindigkeit des Blaseninhaltes in ein erweitertes Zeitgesetz eingehen, das die Dynamik der Kolonne für diesen nichtidealen Betriebsfall beschreibt.
Die Verhältnisse am Kolonnensumpf können folgendermaßen dargestellt werden:



$L^* = L+F$: Flüssigkeitszulauf / Zeiteinheit

$x_A + \Delta x_A$: Konzentration von L^*

V : Aufdampf / Zeiteinheit

y_A : Konzentration von V

H_B : Blaseninhalt

x_A : Konzentration von

A : Ablaufmenge / Zeiteinheit

Aus einer Betrachtung der Massenbilanzen der Blase erhält man für das Zeitintervall Δt:

1) $H_B x_A + L^* (x_A + \Delta x_A) \Delta t - V y_A \Delta t - A x_A = H_B x_A (t + \Delta t)$

Durch eine Taylor-Entwicklung von $x_A\ (t + \Delta t)$ an der Stelle $x = x_A$ und Abbruch nach dem ersten Glied erhält man:

$$H_B x_A + L^*(x_A + \Delta x_A)\,\Delta t - Vy_A\,\Delta t - Ax_A\,\Delta t = H_B x_A + \frac{H_B \partial x_A}{\partial t}\,\Delta t$$

$$\rightsquigarrow\ L^*\,(x_A + \Delta x_A) - Vy_A - Ax_A = H_B\,\frac{\partial x_A}{\partial t}$$

wenn $\Delta x_A \ll x_A$ ist

$$3)\ \rightsquigarrow\ L^* x_A - Vy_A - Ax_A = H_B\,\frac{\partial x_A}{\partial t}$$

Für den Blaseninhalt H_B lassen sich zwei Grenzfälle betrachten:

a) H_B ist sehr klein, im Extremfall gleich Null

$$\rightsquigarrow\quad L^* x_A = Vy_A + Ax_A$$

$$L^* x_A = Vy_A + Ax_A$$

$$L^* - A = V$$

$$Vx_A = Vy_A$$

$$3a)\ \rightsquigarrow\ x_A = y_A$$

Gl. 3a ergibt die Randbedingung am unteren Kolonnenende unter idealen Bedingungen.

b) H_B wird sehr groß,

$$\rightsquigarrow\quad \frac{\partial x_A}{\partial t} \longrightarrow 0$$

die zeitliche Konzentrationsänderung in der Blase erfolgt unendlich langsam.

Wählt man für y_A die lineare Gleichgewichtsbeziehung

$$4)\ y_A = \alpha x_A + \beta \qquad \alpha = \text{Trennfaktor}$$

β = Achsenabschnitt auf der y-Achse

und substituiert y_A in Gl. 3 durch diesen Ausdruck, so erhält man:

$$5)\qquad (1-\alpha)\,x_A - \beta = \frac{H_B}{V}\,\frac{\partial x_A}{\partial t}$$

Gl. 5 stellt die Randbedingung für den Kolonnensumpf im Falle eines endlichen Blaseninhaltes und unter der Annahme von Gl. 4 dar. Die Tatsache, daß schon eine Randbedingung einen Differentialquotienten enthält, deutet auf eine Komplizierung der Lösung der Differentialgleichungen hin, die das dynamische Verhalten der Kolonne beschreiben.
Die Wahl einer hyperbelförmigen Gleichgewichtskurve verbietet sich damit von selbst, da man dann den orts- und zeitabhängigen Teil der Differentialgleichung nicht mehr separieren kann. Es ist anzunehmen, daß das resultierende Zeitgesetz als Lösung der Differentialgleichungen ebenfalls einen ortsunabhängigen kleinsten ersten Eigenwert - den der Kolonnenblase - ergibt, der jedoch auf der Ortskoordinate z die Annäherung der Konzentrationen an ihre neuen stationären Werte erst innerhalb der Endphase Δx: 1 % $\longrightarrow$ 0 charakterisiert. Dieser Einstellvorgang ist meßtechnisch jedoch nicht mehr exakt zu verfolgen.
Wie erwähnt gehen in Gl. 5 die Umwälzgeschwindigkeit und die Größe des Blaseninhalts ein. Da bei den Versuchen außer H_B auch F und V konstant waren, bestimmt allein der unterschiedliche L/V-Wert die Geschwindigkeit der Konzentrationsänderung im Sumpf und kann somit als experimenteller Hinweis dienen, wie und wieweit die Zeitgesetzterme des Füllstandes die Eigenwerte längs der Kolonne im meßbaren Bereich beeinflussen. Im Versuch nimmt die Meßstelle I in ihren Eigenwerten einen Übergangscharakter zwischen Blase und Verstärkerteil an. Bei der Untersuchung ihres Verhaltens soll im folgenden unter dem "ersten" Eigenwert λ^*_1/H stets derjenige verstanden sein, der den Einstellvorgang der jeweiligen Meßstelle bis auf 1 % des stationären Endwertes kennzeichnet. Der ortsunabhängige wirkliche erste Eigenwert $(\lambda^*/H)_B$ wird unterhalb dieser Grenze bestimmend werden.
Die Eigenwerte der Verstärkerseite tragen den Index "id" (= ideal). Das Ausmaß der bis zur Meßstelle I in der Füllkörperpackung erfolgten Angleichung der Eigenwerte an den Verstärkerteil ist in Abhängigkeit vom Flüssigkeits-Dampf-

Verhältnis unterschiedlich. Bei hohen L/V-Werten (0,972) - das entspricht einem niedrigen Rückflußverhältnis im Abtriebsteil - ist einmal die Gesamtabweichung der Eigenwerte zwischen Sumpf und Verstärkerteil größer als bei niedrigen Flüssigkeits-Dampf-Verhältnissen. Da der ideale Einstellvorgang an sich schon schnell ist, wirkt sich eine Behinderung relativ stärker aus als bei Vorgängen, die per se kleinere zeitbestimmende Eigenwerte haben, wie dies für L/V = 0,875 der Fall ist. Die ersten Eigenwerte des Ablaufs liegen mit einem Faktor von 2,54 gegenüber 1,98 bei niedrigen L/V-Werten jeweils unter denen des Verstärkerteils, bei den zweiten Eigenwerten beträgt der Faktor 3,03 gegenüber 1,98. Eine entscheidende Rolle kommt jedoch dem ersten Teilschritt der Angleichung in Richtung Verstärkersäule $\lambda^1/H(z_I - z_A)$ - relativ zum Gesamtbetrag - zu, da dieser Wert eine Aussage über den Wirkungsbereich der nicht-idealen Sumpfverhältnisse auf der Ortskoordinate als f (L/V) gestattet. Dieser Betrag liegt bei dem hohen Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis (0,972) um einen Faktor > 5 über dem des niedrigen L/V-Wertes, so daß Meßstelle I ihren "ersten" Eigenwert dem Idealwert schon weitgehend angeglichen hat. Da eine weitere Erhöhung des Rückflußverhältnisses mit einer noch schnelleren Umwälzung in der Blase verbunden ist, dürfte zumindest bei der Maximalgeschwindigkeit - entsprechend L/V = 1 - der Wirkungsbereich des nichtidealen Füllstandes weiter eingeengt, wenn nicht gar auf den Sumpf allein beschränkt sein. Die Meßstelle I sollte dann ebenfalls den idealen "ersten" Eigenwert aufweisen.

Für den Fall des Mindestrücklaufverhältnisses lassen sich umgekehrte Schlüsse ziehen. Diese Erkenntnisse können für die Destillationstechnik jedoch auch von einigem Nutzen sein. Erzwingen äußere Umstände einen hohen Füllstand im Sumpf, so ist es empfehlenswert, das Flüssigkeits-Dampf-

Verhältnis so hoch wie möglich zu wählen, um auch im Abtriebsteil zu annehmbaren Einstellzeiten zu kommen. Aber selbst bei niedrigen L/V-Werten (s. Abb. 10) kann zumindest das Kopfprodukt in gleicher Qualität und nach der gleichen Einstellzeit wie unter idealen Voraussetzungen entnommen werden. Ein Warten auf den stationären Zustand der gesamten Kolonne ist unsinnig und bringt, falls man außerdem noch die "Überdestillation" (s. Kap. 8.1) zur Einstellzeitverkürzung ausnutzen will, annähernd einen Faktor 3 an Zeitverlust. Die Geschwindigkeit der Umwälzung scheint also bei gegebenem H_B der bestimmende Faktor der Anomalie der Eigenwerte zu sein. Bei konstanten Werten von V, F und L/V wird das Verhältnis Blasen-/Betriebsinhalt der Kolonne entscheidend, das jedoch erst eine bestimmte kritische Größe überschreiten muß, um dem Füllstand einen Einfluß auf die Eigenwerte zu ermöglichen. Der genaue Grenzwert muß noch offengelassen werden. Wie die Versuche zeigten, kann man bei Verhältnissen von 1 : 2 und darunter noch ein gutes ideales Verhalten erwarten. Eine direkte Proportionalität zwischen Füllstand und der Eigenwertsabweichung des Ablaufs konnte nicht festgestellt werden.-Nach außen hin, d.h. im Erscheinungsbild der halblogarithmischen Aufzeichnungen,ist λ_n/H im unteren Teil der Trennsäule nicht ortsunabhängig und daher auch nicht konstant. Folglich ist auch das Verhältnis der sich ideal verhaltenden "ersten" Eigenwerte des Verstärkerteils zu den "ersten" Eigenwerten längs des Abtriebteils immer verschieden und > 1. Entsprechendes gilt für die Eigenwerte der nächst höheren Terme. Es läßt sich jedoch zeigen, daß dieser Quotient zwar >1, daß sein Wert jedoch innerhalb der Fehlergrenzen für jeden Term konstant ist, d.h. die Abweichung des zweiten, dritten...n-ten Eigenwertes an einem gegebenen Ort vom Idealwert ist jeweils von gleicher Größenordnung wie die des "ersten" Eigenwertes an derselben

Stelle der Packung.

$(\lambda_1^*/H)_{id} = 4{,}88 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$ $(\lambda_2^*/H)_{id} = 1{,}41 \cdot 10^{-1}\ min^{-1}$

a) L/V : 0,972 $(\lambda_1/H)_B = 1{,}92 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$ $(\lambda_2/H)_B = 4{,}86 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$

$(\lambda_1^*)_{id}/(\lambda_1)_B = \underline{2{,}54}$ $(\lambda_2^*)_{id}/(\lambda_2)_B = \underline{3{,}03}$

$(\lambda_1^*/H)_{id} = 2{,}5 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$ $(\lambda_2^*/H)_{id} = 1{,}16 \cdot 10^{-1}\ min^{-1}$

b) L/V : 0,875 $(\lambda_1/H)_B = 1{,}26 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$ $(\lambda_2/H)_B = 5{,}87 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$

$(\lambda_1^*)_{id}/(\lambda_1)_B = \underline{1{,}98}$ $(\lambda_2^*)_{id}/(\lambda_2)_B = \underline{1{,}98}$

$(\lambda_1^*/H)_{id} = 4{,}88 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$ $(\lambda_2^*/H)_{id} = 1{,}41 \cdot 10^{-1}\ min^{-1}$

Meßstelle I

c) L/V : 0,972 $(\lambda_1^*/H)_I = 3{,}52 \cdot 10^{-2}\ min^{-1}$ $(\lambda_2^*/H)_I = 1{,}15 \cdot 10^{-1}\ min^{-1}$

$(\lambda_1^*)_{id}/(\lambda_1^*)_I = \underline{1{,}39}$ $(\lambda_2^*)_{id}/(\lambda_2^*)_I = \underline{1{,}23}$

Die Verhältnisse an der Meßstelle I im Versuch L/V : 0,875 konnten nicht untersucht werden, da der zweite Eigenwert aus dem Kurvenverlauf nicht zugänglich war.

Die Quotienten der ersten und zweiten Eigenwerte unterscheiden sich bei den einzelnen Versuchen um den Faktor

a) 1,19
b) 1,0
c) 1,13

Bei einer Genauigkeit der ersten Eigenwerte von 20-30 % ist diese Übereinstimmung als gut anzusehen.

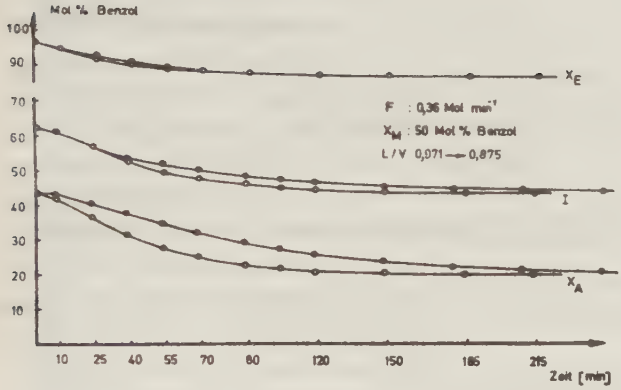


Abb. 9

○ id. } Bl.-inhalt
● n.id. }

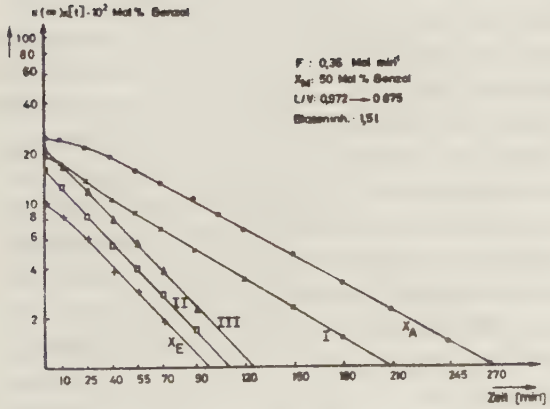


Abb. 10

5 STÖRUNGEN IN DER ZULAUFKONZENTRATION

Die Art dieser Störung wurde bewußt extrem gestaltet, um zu grundsätzlichen Aussagen über die Dynamik auftretender Konzentrationsverschiebungen im Zulauf zu gelangen und Eigenwerte eines großen Parameterintervalls zu erhalten. Die Testgemische wiesen Konzentrationen von ~ 30 und ~ 70 Mol-%-Benzol auf, Δx_M beträgt also 4o %. Diese Ausgangskonzentrationen wurden für alle Versuche praktisch konstant gehalten. Die Zulaufmengen der Versuchsreihen betrugen 0,18, 0,36 und 0,54 Mol min^{-1}.
Der maximal untersuchte Bereich im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis reichte ebenfalls von 1,0 – ca. 0,82.

5.1 Überschneidungen der Übergangsfunktionen

Da der Ausgangsort der Störung in unmittelbarer Nähe der Meßstelle II lag, sollte zu erwarten sein, daß der zeitliche Verlauf der Konzentrationen besonders an dieser Meßstelle charakteristische Informationen über das Wesen der vorgenommenen Störung liefert. Die Darstellung im Konzentrations-Zeit-Diagramm ist deshalb von besonderem Interesse. Die erhaltenen Kurven (Abb. 11-18) sollen hier zunächst diskutiert werden. Betrachtet man zunächst den Sprung von 70 auf 30 Mol-%-Benzol für die Serie II (F:0,36 Mol-%-Benzol), so verläuft die Konzentrationskurve der Meßstelle II bei Flüssigkeits-Dampf-Verhältnissen nahe 1,0 erwartungsgemäß. Geht man zu kleineren Flüssigkeits-Dampf-Verhältnissen über, so erhält man Überschneidungen mit der Konzentrationskurve der Meßstelle I, die ein Maximum erreichen (Abb. 12) und dann bei Annäherung an das Mindest-Rückflußverhältnis (L/V ~ 0,74) wieder verschwinden (Abb. 13). In der Anlaufzeit der Störung wird also unter bestimmten Betriebsbedingungen der Normalfall - steigende Konzentration von Blase zu Kopf - genau umgekehrt. Für die Überschneidungen der Sprünge x_M : 70 ⟶ 30 Mol-%-Benzol kommen in der beschriebenen Art die Meßstellen II und I, also der Abtriebsteil, in Frage. Der Verstärkerteil der Säule erfährt keine sich so charakteristisch

auswirkende Störung nach dem Sprung. Das Gegenteil läßt sich für die Störung x_M: 30 ⟶ 70 Mol-%-Benzol feststellen. Hier überschneiden sich die Meßstellen II und III (Abb. 14, 15). Der Abtriebsteil bleibt unberührt. Der Kurvenverlauf nimmt jedoch erst bei weiterer Annäherung an das Mindestrücklaufverhältnis, in dem Bereich etwa, wo sich die Anfangsphase der Sprünge von 70 ⟶ 30 Mol-%-Benzol wieder normalisiert, jenen typischen Verlauf an. Bei der Serie III (F:0,18 Mol min^{-1}, $L/V_{min} \approx 0{,}87$) kommt es zwar nur in einem Falle (Abb. 16) zur Überschneidung, der Effekt ist also offenbar gedämpft, seine Tendenz stimmt jedoch genau mit der Serie II überein, wie sich aus den Daten der Tabelle II, Spalte 4, entnehmen läßt.

Dort sind unter dem Symbol Δx_t die jeweils gemessenen größten Annäherungen (positives Vorzeichen) oder maximalen Überschneidungen (negativ gekennzeichnet) im Konzentrationsverlauf der angegebenen Meßstellen n - m nach Beginn der Störung aufgeführt. Aus der Tabelle läßt sich ferner zusammenfassend schließen: der Effekt verschwindet, wenn die Störung Δx_M oder die Zuflußmenge F hinreichend klein wird, er wird stärker, wenn das Gegenteil der Fall ist. Bei einer weiteren Erhöhung der Zuflußmenge traten im Abtriebsteil sogar Überschneidungen von II mit der Blasenkonzentration x_A bei einem Sprung 70 ⟶ 30 Mol-%-Benzol auf (s. Abb. 17), dementsprechend erreichte der Effekt dann auch in der Verstärkersäule neue Maximalwerte (Abb. 18).

Die stationäre Ausgangskonzentrationsdifferenz Δx_∞, in der Tabellenspalte 3 den Δx_t-Werten zugeordnet, kann offensichtlich nicht allein für die Größe dieses Effektes bestimmend sein, wenn auch die Vermutung zunächst naheliegend ist. Es besteht vielmehr noch ein Zusammenhang mit dem charakteristischen Betriebszustand der Kolonne, auf den jedoch in Kap. 5.4 näher eingegangen wird.

Tabelle II

Überschneidungen im zeitlichen Konzentrationsverlauf

Serie II

F : 0,36 Mol min^{-1}

L/V	x_M	Δx_{∞} II-I	Δx_t II-I	λ'/H
	Mol-%-Benzol			min^{-1}
1,0	70⟶30 %	3,7	+1,1	$4,62 \cdot 10^{-2}$
0,972	"	4,5	+1,2	$3,19 \cdot 10^{-2}$
0,938	"	4,0	-1,7	$2,18 \cdot 10^{-2}$
0,911	"	4,7	-2,4	$2,87 \cdot 10^{-2}$
0,882	"	6,0	-3,8	$3,34 \cdot 10^{-2}$
0,817	"	14,1	+0,8	$4,69 \cdot 10^{-2}$
	30⟶70 %	Δx_{∞} III-II	Δx_t III-II	
1,0	"	32,1	+15,8	$7,77 \cdot 10^{-2}$
0,972	"	32,2	+16,4	$6,04 \cdot 10^{-2}$
0,938	"	24,9	+10,8	$4,85 \cdot 10^{-2}$
0,911	"	14,4	+4,5	$4,16 \cdot 10^{-2}$
0,882	"	8,3	-1,5	$3,17 \cdot 10^{-2}$
0,817	"	2,5	-5,7	$1,38 \cdot 10^{-2}$

Tabelle II

Serie III

: C, [illegible] min^{-1}

L/V	x_M	Δx_{II-I}	Δx_{II-I}	λ^1/H
	Mol-%-Benzol			min^{-1}
1,0	70 ⟶ 30 %	4,1	+1,4	$3,02 \cdot 10^{-2}$
0,971	"	5,8	+2,2	$9,53 \cdot 10^{-3}$
0,929	"	17,3	+9,6	$2,6 \cdot 10^{-2}$
0,894	"	24,9	+15,6	$4,22 \cdot 10^{-2}$

	30 ⟶ 70 %	Δx_{III-II}	Δx_{III-II}	
1,0	"	23,1	+14,2	$4,65 \cdot 10^{-2}$
0,971	"	31,1	+21,2	$3,14 \cdot 10^{-2}$
0,929	"	8,4	+2,5	$1,16 \cdot 10^{-2}$
0,894	"	3,3	-0,5	$2,54 \cdot 10^{-2}$

Tabelle II

Serie IV

F : 0,54 Mol min^{-1}

L/V	x_M	Δx_∞ II-I	Δx_t II-I	Δx_∞ II-x_A	Δx_t II-x_A	Δx_∞ I-x_A	Δx_t I-x_A	λ_1/M	
		Mol % Benzol						min^{-1}	Dimension
0,971	70 → 30	3,7	-1,6	38,4	-3,7	34,7	-2,1	$3,68 \cdot 10^{-2}$	
0,919	"	3,3	-4,1	15,9	-4,1	12,6	0	$3,2 \cdot 10^{-2}$	
0,882	"	2,4	-8,2	16,9	-4,3	14,5	+3,9	$4,01 \cdot 10^{-2}$	
0,819	"	2,2	-7,9	22,1	-2,1	19,9	+5,8	$5,02 \cdot 10^{-2}$	

	30 → 70	Δx_∞ III-II	Δx_t III-II	λ_1/M
0,971	"	33,0	+16,1	$7,22 \cdot 10^{-2}$
0,919	"	17,8	+ 4,3	$5,94 \cdot 10^{-2}$
0,882	"	9,6	- 0,4	$5,68 \cdot 10^{-2}$
0,819	"	3,2	-6,5	$5,27 \cdot 10^{-2}$

Abb. 11

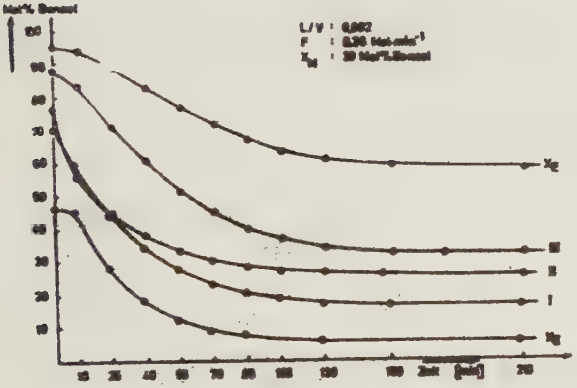


Abb. 12

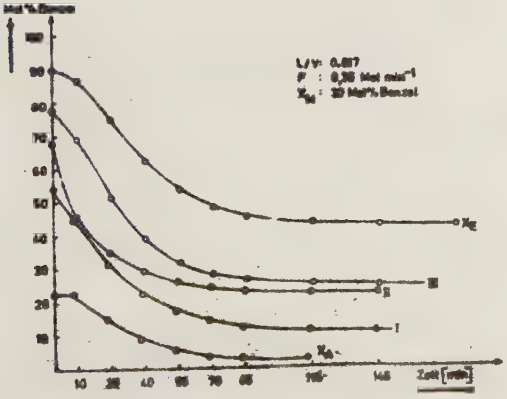


Abb. 13

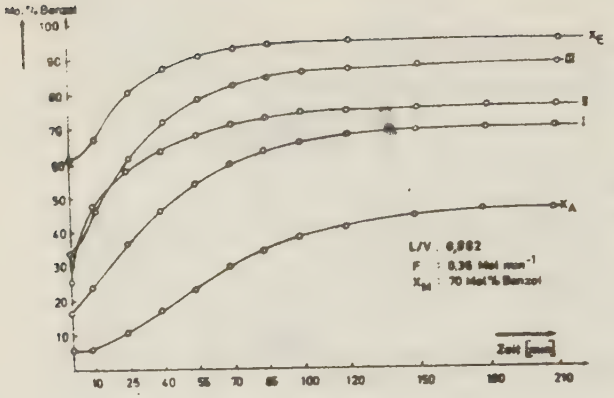


Abb. 14

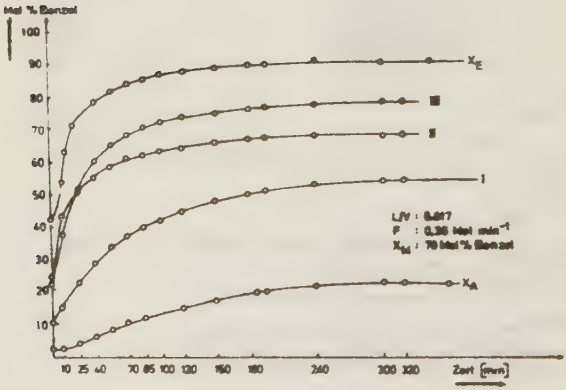


Abb. 15

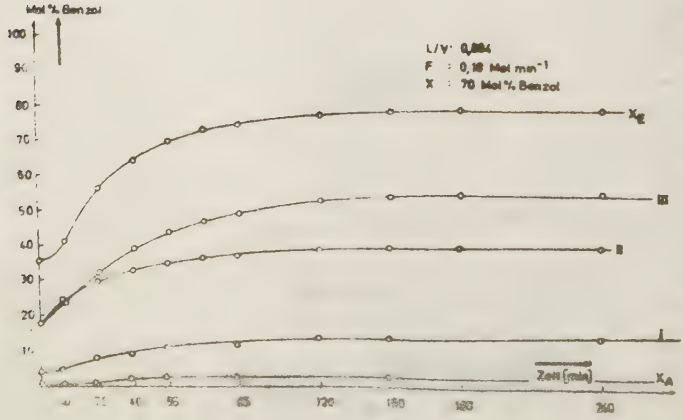


Abb. 16

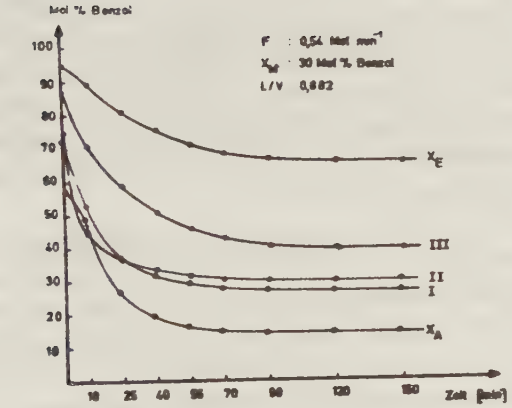

Mol % Benzol
F : 0,54 Mol min⁻¹
X_M : 30 Mol % Benzol
L/V 0,882
X_E
III
II
I
X_A
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
10
25
40
55
70
90
120
150
Zeit [min]

Abb. 17

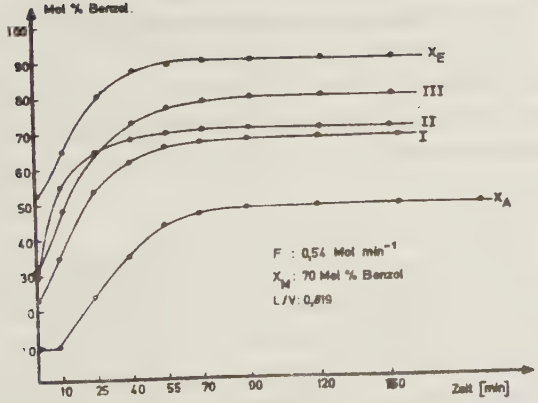

Mol % Benzol
X_E
III
II
I
X_A
F : 0,54 Mol min⁻¹
X_M : 70 Mol % Benzol
L/V: 0,819
100
90
80
70
60
50
40
30
0
10
25
40
55
70
90
120
150
Zeit [min]

Abb. 18

5.2 ERKLÄRUNG DES ÜBERSCHNEIDUNGSEFFEKTES

Grundsätzlich sollte unter gewissen Bedingungen auch eine Überschneidung der Übergangsfunktionen zu erwarten sein, da ähnliche Fälle im stationären Zustand (s. Kap. 5.3) bereits bekannt und die zeitlichen Profile den stationären ähnlich waren[23]. Im vorliegenden Fall - nach einer Konzentrationsstörung im Zulauf - müssen zur Erklärung des Überschneidungseffektes noch zwei gleichsinnig zusammenwirkende Einzeleffekte herangezogen werden.

1. Die mechanische Vermischung zweier verschiedener Konzentrationen.
2. Die Störung der Wärmebilanz durch das neue Gemisch.

Der erste Punkt erscheint klar, der zweite bedarf der näheren Erläuterung. Ausgangspunkt der Betrachtung sind dabei die fundamentalen Stoffaustauschprozesse der Rektifikation in Füllkörpersäulen.

In jedem Querschnitt der Füllkörperpackung besteht zwischen Dampf und Flüssigkeit ein Temperaturunterschied. Der Austauschvorgang zwischen beiden Phasen erfolgt, indem aus dem Dampf schwersiedende Komponente kondensiert und die dabei freiwerdende Kondensationswärme Leichtersiedendes aus der Flüssigkeit verdampft. Der Temperaturdifferenz im Querschnitt entspricht - bzw. er kommt erst so zustande - der Temperaturgradient der Kolonnenhöhe. Er ist im Grenzfall gleich der Siedepunktsdifferenz der beiden Komponenten des binären Gemisches.

Der Wärmeinhalt eines mit Siedetemperatur der Kolonne zugeführten Volumenelementes, das viel Schwersiedendes enthält, ist größer als der eines Volumenelementes mit viel leichtsiedender Komponente,

$$Q_{70\ \%\ Tri} > Q_{30\ \%\ Tri}$$

seine Temperatur ist ebenfalls höher. Gelangt jetzt eine Konzentrations-Störung mit einem großen Teil Schwersiedendem in die Kolonne, so wird neben dem reinen Mischungsvorgang, der die Konzentration an leichtsiedender Komponente schon entsprechend zurückdrängt, der höhere Wärmeinhalt der neuen Zulaufkonzentration in derselben Richtung wirken. Aus dem Rücklauf wird zusätzlich Leichtsiedendes verdampft. Sein

Gehalt an Schwersiedendem nimmt damit weiter zu. Besonders die Füllkörperpackungsschicht über dem Zulauf weist so während der Anfangsphase der Störung eine - bezüglich der leichtsiedenden Komponente - niedrigere Konzentration auf als Schichten der darunterliegenden Abtriebssäule. Die Grösse des Effektes hängt - wie bereits erwähnt - vom Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis und besonders von der Zuflußmenge ab.

Die Vorgänge beim umgekehrten Fall, der Störung durch eine Zuflußkonzentration, die viel Leichtsiedendes enthält, lassen sich ähnlich interpretieren. Der Wärmeinhalt der neuen Zuflußkonzentration ist geringer,

$$Q_{70\ \%\ \text{Benzol}} < Q_{30\ \%\ \text{Benzol}}$$

es wird folglich zunächst mehr Schwersiedendes aus dem Dampf kondensieren und dafür eine entsprechende Menge an leichtersiedender Komponente verdampfen. Der Dampf weist also eine höhere Konzentration an Leichtsiedendem auf. Die Flüssigkeit in dem über der Zuführstelle gelegener Volumenelement der Füllkörperpackung ist - entsprechend dem Temperaturgefälle von unten nach oben - wärmer als die in höheren Schichten des Verstärkerteils. Da der Dampf, wie beschrieben, an leichtsiedender Komponente reich ist, wird am unteren Ende der Verstärkersäule weniger Schwersiedendes kondensieren als in den kälteren darübergelegenen Schichten. In Bezug auf leichtflüchtige Komponente kann der Unterteil der Verstärkersäule kurzzeitig eine höhere Konzentration aufweisen als der Mittelteil. Im Experiment wird die Meßstelle III von II "überholt". Die Größe des Effektes hängt ebenfalls vom Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis und von der Zuflußmenge ab.

Die Kenntnis, wann und wo mit dem Auftreten dieses Überschneidungseffektes gerechnet werden muß, ist für die Regeltechnik von hoher Wichtigkeit. Die Regelung einer Kolonne kann völlig außer Kontrolle geraten, wenn - wie üblich - die Regelanweisungen auf den kombinierten Daten zweier Meßfühler beruhen,

die Meßfühler aber im Wirkungsbereich dieses Effektes angebracht sind und das Steuerprogramm diesen Fall nicht einkalkuliert hat. Ist bei Destillationsproblemen mit dem Auftreten derartiger Konzentrationsüberschneidungen zu rechnen, kann die Anbringung nur eines Meßfühlers von Vorteil sein, da dessen Informationen stets eindeutig sind. In diesem Zusammenhang muß jedoch unbedingt auf Stellen ohne Konzentrationsänderung hingewiesen werden, die unter bestimmten Bedingungen auftreten können (s. Störungen der Zuflußmenge).

5.3 Stationäre und zeitliche Konzentrationsprofile

Die Konstruktion der stationären Profile erfolgt in derselben Art, wie schon in Kap. 4 beschrieben. Grundlage sind wieder die Funktionen: $x_{\infty}(z) = f(L/V)_{x_M F}$

Sie (Abb. 19-22) zeigen rein qualitativ schon die besondere Art des Zusammenwirkens von Zuflußmenge und Flüssigkeits-dampfverhältnis, die in Kap. 7 noch ausführlich behandelt wird. Der Gang der interessantesten Kurven, x_E und x_A, zeigt unabhängig von der Zuflußmenge für gleiche Zulaufkonzentrationen ein jeweils ähnliches Bild, und zwar ist dies an der Meßstelle x_E für x_M = 30 Mol-%-Benzol eine charakteristische S-Form, während x_A flach und ohne Wendepunkte zum Mindestrücklaufverhältnis hin abfällt. Für x_M = 70 Mol-%-Benzol dagegen erscheint diese Funktionsform der Meßstellen vertauscht. Die schwache S-Krümmung des Ablaufs bei F: 0,18 Mol min^{-1} verschwindet bei höheren Fördermengen allerdings zugunsten der wendepunktslosen Form. Die Kurven für F:0,36 Mol min^{-1} verlaufen analog. Ihre dem jeweiligen Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis zugehörigen Steigungen nehmen zwischen den beiden extremen F-Größen Übergangswerte an.

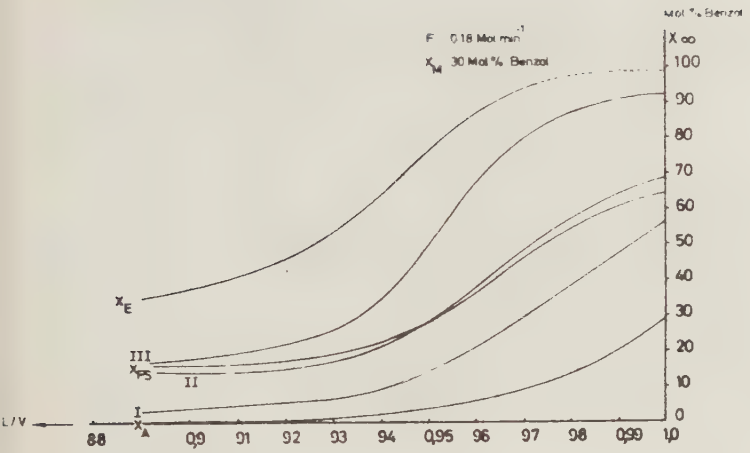


Abb. 19

STATIONÄRE KONZENTRATIONEN

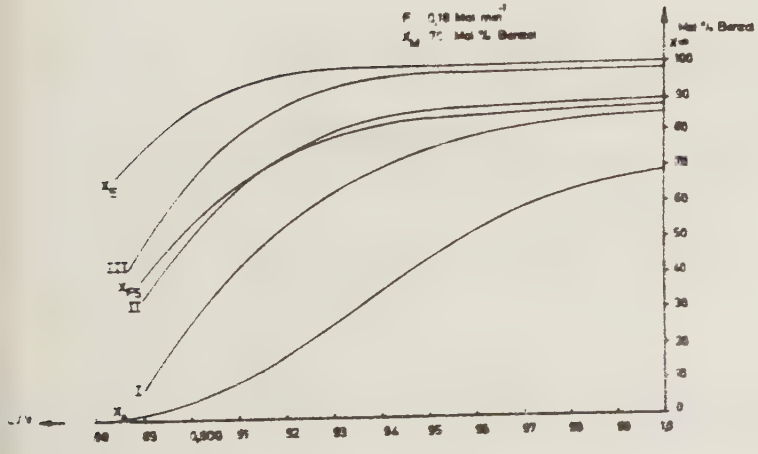


Abb. 20

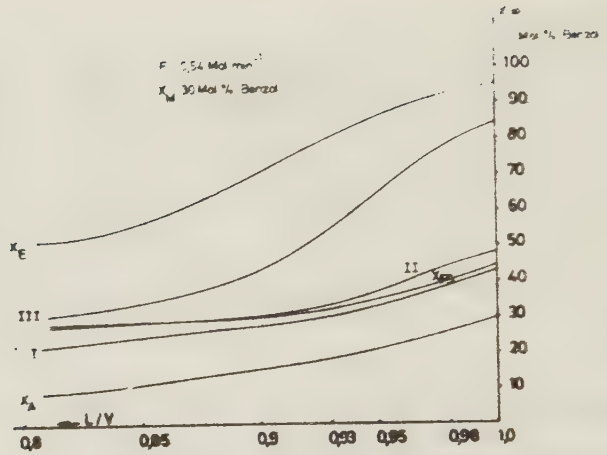


Abb. 21

STATIONÄRE KONZENTRATIONEN

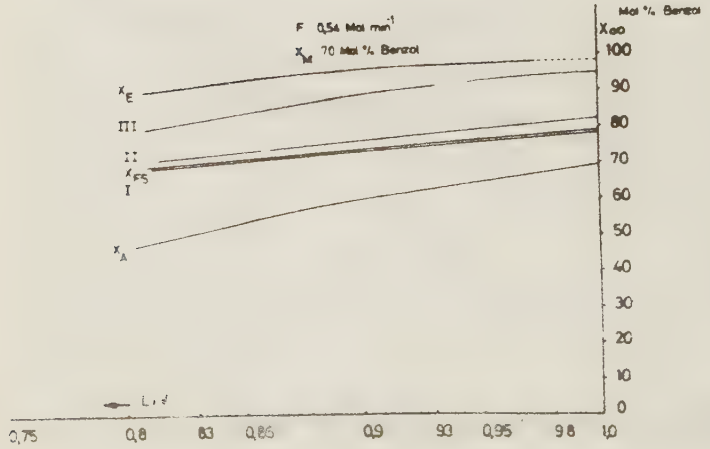


Abb. 22

Die stationären Konzentrationsprofile selbst enthalten für die extremen Zuflußwerte 0,18 und 0,54 Mol min^{-1} die Kurven für beide Zuflußkonzentrationen und verschiedene Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisse. Die Abb. 23 weist im stationären Zustand eine Vielzahl von Profilschnittpunkten auf, Abb. 24 für F:0,54 Mol min^{-1} dagegen kaum. Wie weiter ersichtlich ist, verschwinden diese Punkte längs der gesamten Kolonnenhöhe bei Unterschreitung gewisser Grenzwerte des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses. Stellt man beispielsweise erst einen stationären Zustand mit den Parametergrößen F:0,18 Mol min^{-1}, x_M:30 Mol % Benzol, L/V:beliebig bis 0,94 ein, erhöht dann x_M auf 70 Mol % Benzol und unternimmt zusätzlich einen Sprung in L/V, so kann man für das neue Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis alle Werte bis zum Mindestrücklaufverhältnis wählen, ohne daß es an irgend einem Punkt der Kolonne zu stationären Profilüberschneidungen kommt.
Ausgehend von den stationären Konzentrationen $x_\infty(z)f(L/V)$ ist also eine genaue Information über Auftreten, Ort und die L/V-Grenzwerte beim Verschwinden dieser Punkte möglich. Für die Regelpraxis kann ihre Existenz unangenehme Folgen bedeuten, siehe Kap. 7.1. Allein unter diesem Gesichtspunkt ist ein hoher Zufluß bei einer Kolonne, die häufig Störungen oder neuen Regelungen ausgesetzt ist, einer geringen Zuflußgröße vorzuziehen.
Die Auswirkung von Δx_M-Störungen auf die zeitlichen Profile in der Kolonne sei an Hand zweier typischer Versuche dargestellt. Dem Normalfall, der keine zeitlichen Überschneidungen verzeichnet und der in Abb. 25, 27 vertreten ist, werden die zeitlichen Profile der Versuche mit maximalem Überschneidungseffekt gegenübergestellt. Der Verlauf der Störung läßt sich bei letzteren sehr gut als Wellenfront erkennen, die je nach Bedingung in den Abtriebs- oder den Verstärkerteil hineinläuft. Im Anlaufbereich stellt $\frac{\partial x}{\partial t}$ für die einzelnen Meßstellen ein gutes Maß der Ausbreitungsgeschwindigkeit der Störungsfront dar.

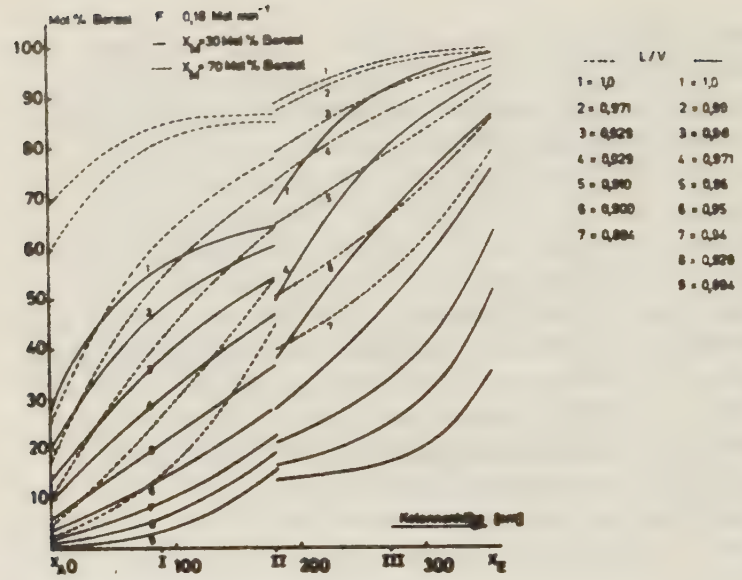


Abb. 23

STATIONÄRE KONZENTRATIONSPROFILE

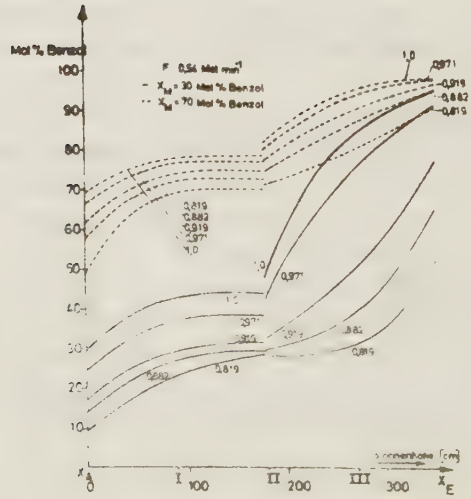


Abb. 24

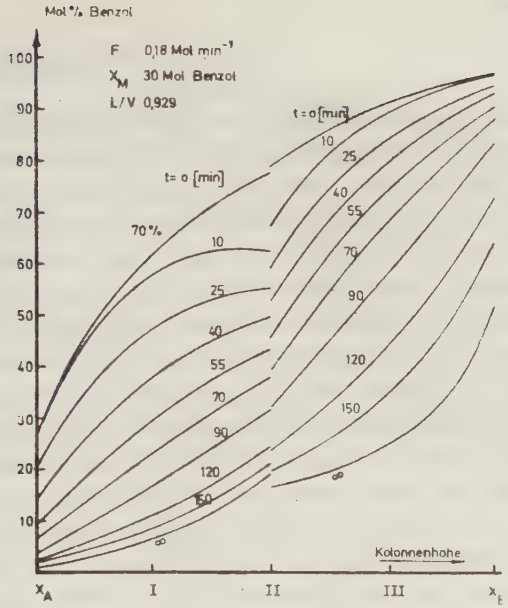

Mol % Benzol
F 0,18 Mol min⁻¹
X_M 30 Mol Benzol
L/V 0,929
t = o [min]
70 %
10
25
40
55
70
90
120
150
∞
Kolonnenhöhe
X_A
I
II
III
X_E

Abb. 25

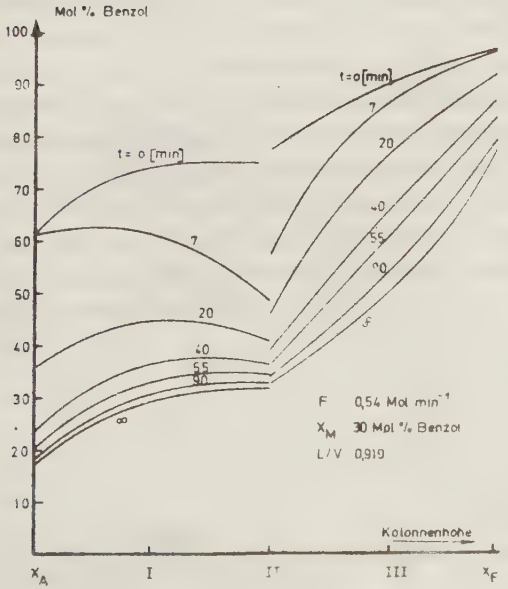

Mol % Benzol
t = o [min]
7
20
40
55
90
∞
F 0,54 Mol min⁻¹
X_M 30 Mol % Benzol
L/V 0,919
Kolonnenhöhe
X_A
I
II
III
X_F

Abb. 26

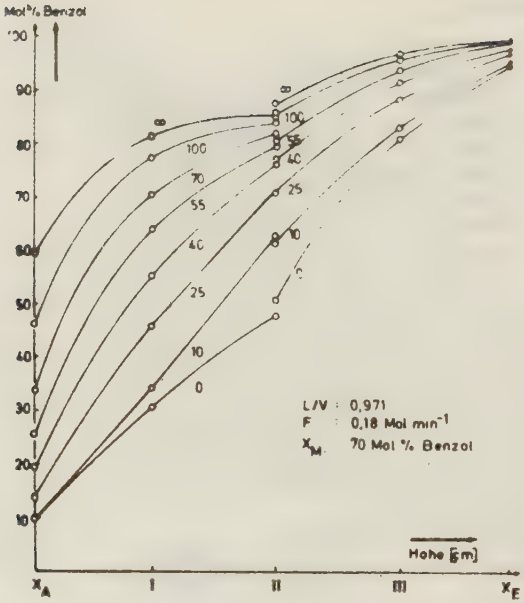

Mol% Benzol
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
∞
100
70
55
40
25
10
0
L/V : 0,971
F : 0,18 Mol min⁻¹
x_M : 70 Mol % Benzol
Höhe [cm]
x_A
I
II
III
x_E

Abb. 27

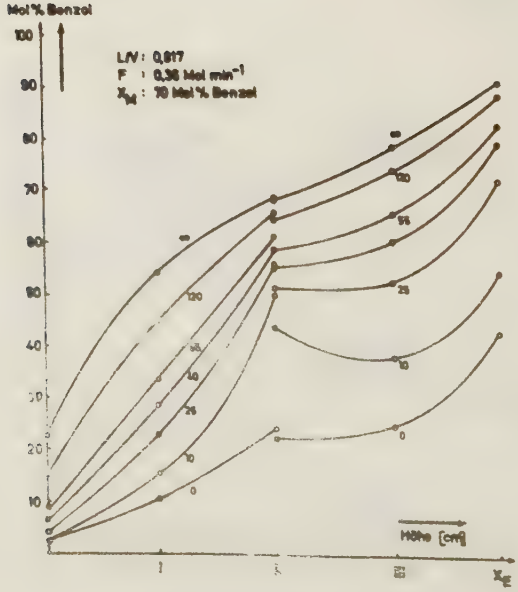

Mol % Benzol
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
L/V : 0,817
F : 0,36 Mol min⁻¹
x_M : 70 Mol % Benzol
∞
120
55
40
25
10
0
Höhe [cm]
I
II
III
x_E

Abb. 28

5.4 Eigenwerte

Es wurde bereits dargelegt, daß die Eigenwerte auch einer kontinuierlichen Kolonne mit Abtriebs- und Verstärkerteil charakteristisch vom Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis abhängen. Die Abhängigkeit von den Parametern des Zulaufs - Menge und Konzentration - konnte jetzt durch diese Versuchsserien geklärt werden. Tabelle III enthält die Betriebsparameter und die zugehörigen, das Zeitverhalten bestimmenden ersten Eigenwerte. Charakteristische Versuche, von denen ein Teil auch im bereits erwähnten Konzentrations-Zeitverlauf dargestellt wurde, zeigen die Abbildungen 29-32 in der halblogarithmischen Auftragung. Der augenfälligste Unterschied zwischen diesen Kurven und denen, die aus Sprüngen im Rückflußverhältnis erhalten wurden, ist das Auftreten von Wendepunkten. Besonders deutlich zeigt dies Abb. 30 für die Meßstelle II. Die parallele Endsteigung der Kurven bleibt davon unberührt. In einigen Fällen erfolgt das Einschwenken der Kurven auf den Endwert relativ spät, z.T. sogar erst bei einer Annäherung von knapp 2 % an den stationären Zustand. Gut geeignet zur Ermittlung der Eigenwerte sind allgemein die Meßstellen I, II, III, da sich dort der Konzentrationsverlauf $x(z,\infty) - x(z,t)$ schon frühzeitig durch den geradlinigen Teil auszeichnet. Der Fall eines einfachen exponentiellen Abklingens der Konzentrationsabweichung vom Störbeginn an läßt sich an Hand der Theorie damit erklären, daß an dieser Stelle die zweite Eigenfunktion eine Nullstelle hat, so daß praktisch nur der erste Term im Zeitgesetz (s. Seite 10) für den Ablauf wichtig ist, da die Glieder höherer Ordnung ohnehin schnell verschwinden.

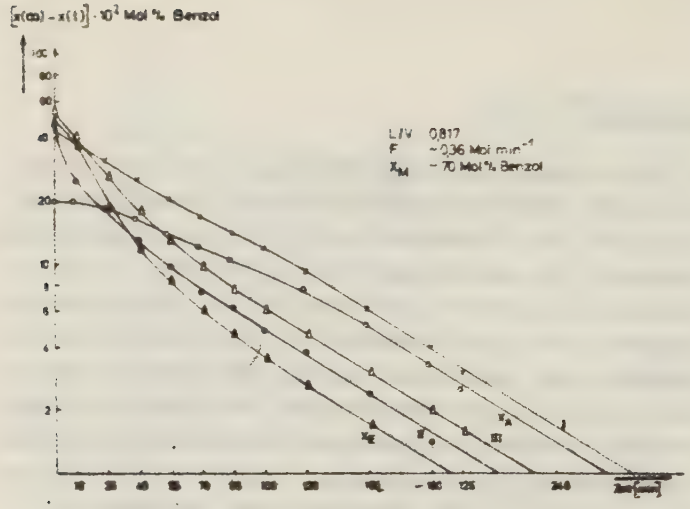


Abb. 29

EINSTELLVORGÄNGE

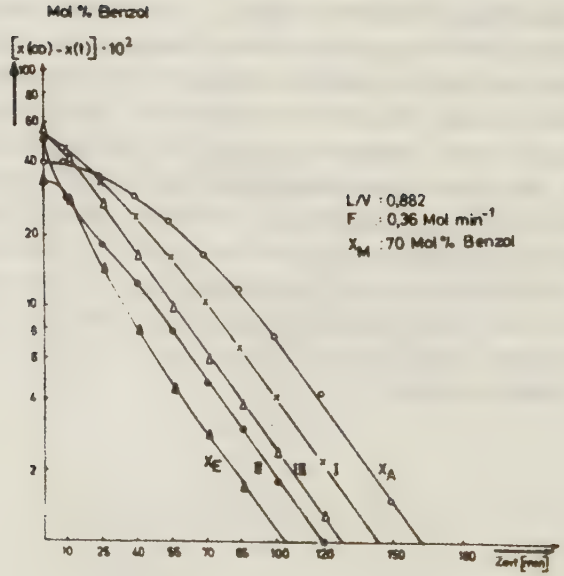


Abb. 30

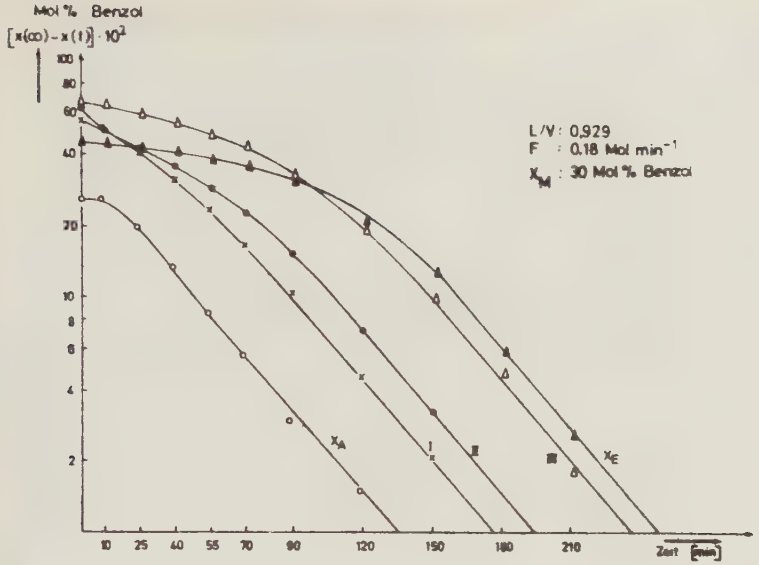


Abb. 31

EINSTELLVORGÄNGE

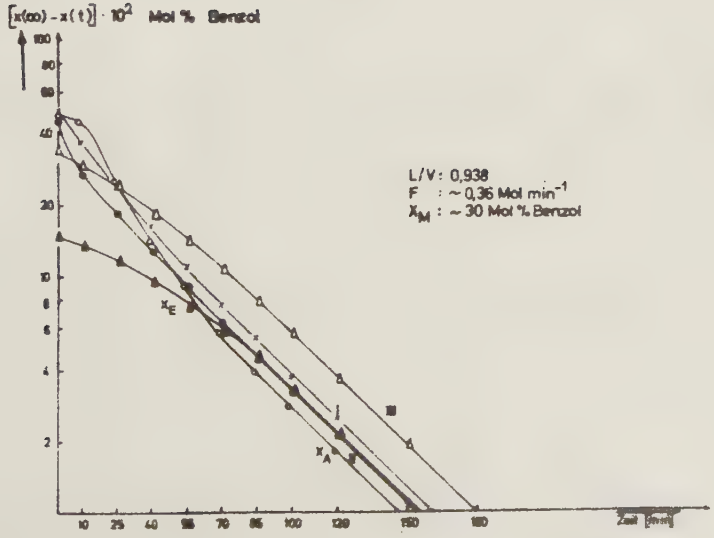


Abb. 32

Tabelle III — Störungen der Zuflußkonzentration

Serie II — Eigenwerte und Betriebsparameter

F : 0,36 Mol min^{-1}

L/V	V	F	x_M	x_A	x_E	λ_1/H
	Mol min^{-1}		Mol-%-Benzol			min^{-1}
1,0	1,411	0,365	69,3	69,3		$7,77 \cdot 10^{-2}$
1,0	1,411	0,361	29,3	29,3		$4,62 \cdot 10^{-2}$
0,972	1,379	0,352	69,3	64,9	98,1	$6,04 \cdot 10^{-2}$
0,972	1,379	0,363	30,1	21,7	93,3	$3,19 \cdot 10^{-2}$
0,938	1,342	0,357	69,3	59,4	97,6	$4,85 \cdot 10^{-2}$
0,938	1,342	0,359	29,6	11,7	82,9	$2,18 \cdot 10^{-2}$
0,911	1,360	0,357	69,3	53,3	96,6	$4,16 \cdot 10^{-2}$
0,911	1,360	0,359	29,2	8,2	69,5	$2,87 \cdot 10^{-2}$
0,882	1,380	0,355	69,7	46,2	95,2	$3,17 \cdot 10^{-2}$
0,882	1,380	0,356	29,6	5,4	57,9	$3,34 \cdot 10^{-2}$
0,817	1,343	0,359	69,3	22,5	90,0	$1,38 \cdot 10^{-2}$
0,817	1,343	0,361	29,3	2,5	42,1	$4,69 \cdot 10^{-2}$
			L/V-Sprünge			
0,974	1,370	0,359	29,2	21,5	93,3	$3,54 \cdot 10^{-2}$
0,911	1,425	0,354	69,3	53,0	96,6	$4,07 \cdot 10^{-2}$

Tabelle III

Serie III

F : 0,18 Mol min^{-1}

L/V	V	F	x_M	x_A	x_E	λ_1/H
	Mol min^{-1}		Mol-%-Benzol			min^{-1}
1,0	1,411	0,179	69,4	69,4		$4,65 \cdot 10^{-2}$
1,0	1,411	0,179	29,3	29,3		$3,02 \cdot 10^{-2}$
0,971	1,383	0,176	69,3	59,2	98,4	$3,14 \cdot 10^{-2}$
0,971	1,383	0,179	29,3	9,7	93,6	$9,53 \cdot 10^{-3}$
0,929	1,313	0,176	69,5	25,1	96,9	$1,16 \cdot 10^{-2}$
0,929	1,313	0,179	29,6	0,8	51,6	$2,6 \cdot 10^{-2}$
0,894	1,343	0,176	69,5	2,5	79,1	$2,54 \cdot 10^{-2}$
0,894	1,321	0,179	29,6	0,3	35,5	$4,22 \cdot 10^{-2}$

Serie IV

F : 0,54 Mol min^{-1}

L/V	V	F	x_M	x_A	x_E	$\frac{\lambda}{H}$
	Mol min^{-1}		Mol-%-Benzol			min^{-1}
0,971	1,350	0,536	69,3	66,4	97,7	$7,22 \cdot 10^{-2}$
0,971	1,350	0,539	29,3	24,4	91,3	$4,68 \cdot 10^{-2}$
0,919	(1,302)	0,545	69,3	61,5	96,6	$5,94 \cdot 10^{-2}$
0,919	(1,302)	0,539	29,3	17,2	77,1	$3,2 \cdot 10^{-2}$
0,882	(1,121)	0,540	69,3	57,8	95,0	$5,68 \cdot 10^{-2}$
0,882	(1,121)	0,538	29,3	14,2	65,3	$4,01 \cdot 10^{-2}$
0,819		0,539	69,3	49,2	90,7	$5,27 \cdot 10^{-2}$
0,819		0,538	29,3	9,4	52,4	$5,02 \cdot 10^{-2}$

Die Eigenwerte sind in Abb. 33 in Abhängigkeit von der Zulaufmenge, der Zulaufkonzentration und dem Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis aufgetragen. Im Gegensatz zu reinen kontinuierlichen Verstärkersäule scheint die tiefste Stelle der Minima-Verbindungslinien - unter der Voraussetzung konstanter Zuflußgröße - hohen Konzentrationen an leichter siedender Komponente und L/V-Werten nahe dem entsprechenden Mindestrückflußverhältnis zugeordnet werden zu müssen (Abb. 34), dessen ausgezeichneter Wert auch den Kurvenverlauf zu kleinen Rückflußverhältnissen hin begrenzt. Die Minima der Kurven geringer Zulaufkonzentration - bezogen auf die leichter siedende Komponente - liegen entsprechend bei höheren λ^1/H-Werten und nahe L/V = 1.

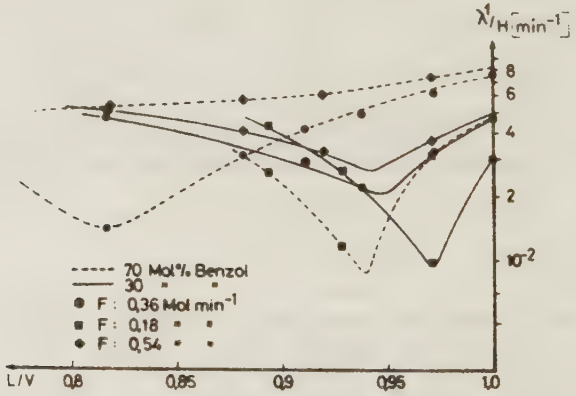


Abb. 33

Von den beiden Variablen des Zuflußes läßt sich die - konzentration in ihrer Wirkung auf die Größe der ersten Eigenwerte also nur bedingt mit der Dampfeintrittskonzentration y_o der kontinuierlichen Verstärkersäule vergleichen, deren Variation in Abhängigkeit von L/V ein zwar ähnliches, in der Zuordnung der Parametergrößen jedoch genau entgegengesetztes Bild zeigt. Die Kurven $\lambda_1/(H, L/V)_{x_M}$

dagegen haben ihr Minimum nahe L/V =1. Mit steigender Zuflußgröße verschieben sich die Kurven dann zu kleineren Flüssigkeits-Dampf-Verhältnissen und zu höheren Eigenwerten hin. Eine direkte Proportionalität zwischen Zuflußgröße und λ^1/H-Werten konnte nicht festgestellt werden.

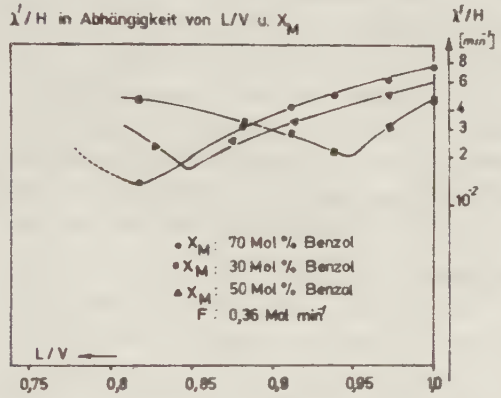


Abb. 34

Minima im Verlauf der Eigenwerte kennzeichnen einen bestimmten Bereich der Betriebsbedingungen, in dem Störungen nur sehr langsam abklingen, die Regelstrecke also träge reagiert. Dabei ist nicht allein das Minimum, sondern dessen gesamte nähere Umgebung von dieser Trägheit gekennzeichnet. Für Störungen im Rückflußverhältnis haben unsere Versuche die Richtigkeit dieser Erkenntnis bereits belegt[4]. Es liegt nun nahe, nach einem entsprechenden Zusammenhang zwischen Eigenwerten und Störungen der Zulaufzusammensetzung zu suchen. In Tabelle II ist deshalb jedem Δx_t-Wert der gefundene Eigenwert des Versuches beigeordnet und damit ein Zusammenhang zum jeweiligen Betriebszustand der Kolonne hergestellt.

Wie man sich leicht überzeugt, ist es in der Tat so, daß das Maximum der Überschneidung bzw. der kleinste positive Δx_t-Wert stets in der näheren Umgebung des Minimums der Eigenwerte liegt, und zwar offenbar unabhängig von der Zuflußmenge. Störungen jeglicher Art erreichen also in diesem ausgezeichneten Bereich ihre maximale Auswirkung und klingen nur langsam ab.

Die Eigenwerte, die aus Sprüngen im Rückflußverhältnis gewonnen wurden, folgen dem systematischen Gang der Kurven in Abb. 33. Für die Zuflußmenge F:0,36 Mol min^{-1} konnten die Zeitkonstanten daher für ein großes Konzentrationsintervall des Zulaufs vollständig angegeben werden (s. Abb. 34). Eine solche kombinierte Darstellung von Eigenwerten aus zwei völlig unterschiedlichen Störvorgängen ist zulässig, da diese-unabhängig von der Art der Störung - nur von den Parametern des stationären Endzustandes abhängen. Zum experimentellen Beweis wurde in zwei Fällen ein Sprung im Flüssigkeit-Dampf-Verhältnis unternommen und der erhaltene Eigenwert mit dem eines entsprechenden Konzentrationssprunges verglichen. Es zeigt sich gute Übereinstimmung (s.Tab.III).

Auch die stationären Konzentrationen der Zuflußgröße F:0,36 Mol min^{-1} sind damit über einen großen x_M-Bereich als Funktion des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses erfaßbar. Abb. 35 zeigt die Abhängigkeit für sämtliche Meßstellen und ein willkürliches Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis. Abb. 36 gibt nur den Verlauf an den Orten x_A und x_E für verschiedene L/V-Werte wieder.

Besonders aus der letzten Abb. geht deutlich hervor, daß die Kurven (z.B. 3,4) in einem bestimmten L/V-Intervall spiegelverkehrt zur Diagonalen verlaufen, daß es ferner für jede Meßstelle und jedes Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis Bereiche linearer Abhängigkeit von der Zuflußkonzentration gibt.

Die Diagonale beschreibt einen Konzentrationsverlauf, den beide Meßstellen, x_A und x_E, unter den beiden L/V-Grenzwerten der Destillation einnehmen. Bei L/V = 1 muß x_A aufgrund der Massenbilanzen die gleiche Konzentration wie x_M aufweisen, analog x_E beim Mindestrücklaufverhältnis. Der Ausgangspunkt aller Kurven von den Eckpunkten der Diagonalen erscheint klar, da sich reine Komponenten eben unabhängig vom Rückflußverhältnis nicht auftrennen lassen.

Die Kurven dieser Meßstellen nehmen ferner den Charakter von Übergangsfunktionen für den Fall an, daß unter Konstanz der restlichen Parameter, eine kontinuierliche, aber unendlich langsame und kleine Änderung der Zuflußkonzentration eintritt.

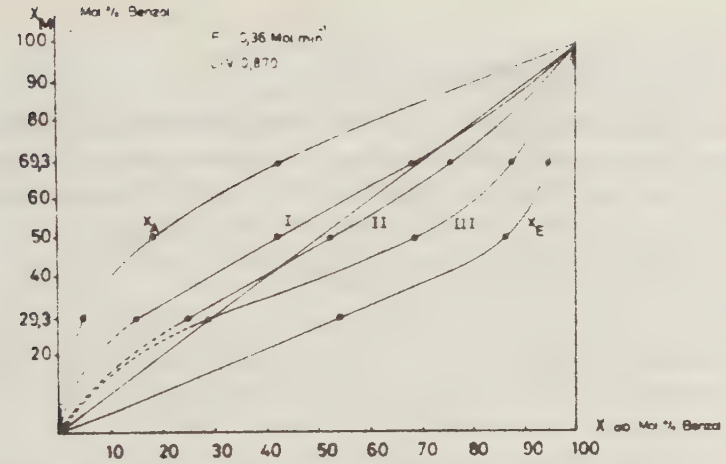
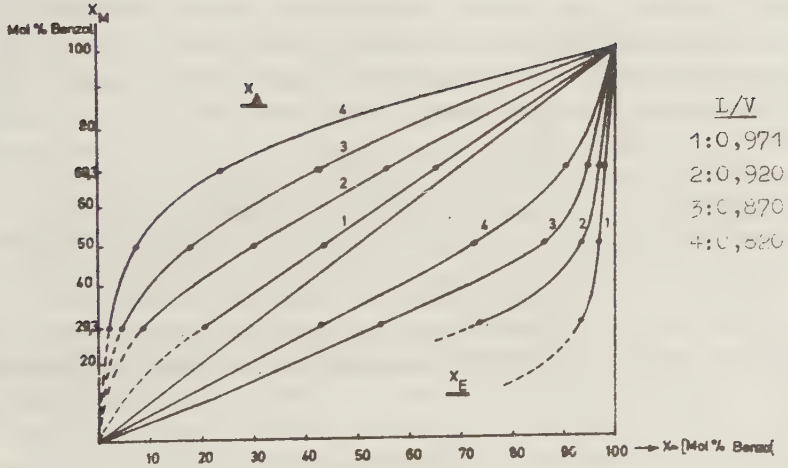


Abb. 35



I/V
1:0,971
2:0,920
3:0,870
4:0,820

Abb. 36

6 STELLEN MAXIMALER EINSTELLZEIT

Experimentell war bereits bei der Verstärkersäule gefunden worden, daß zum gleichen Zeitpunkt an verschiedenen Stellen der Kolonne die Konzentrationen beim Einstellvorgang unterschiedlich weit von ihren stationären Endwerten entfernt sind, und daß es somit eine Stelle längs der Kolonne gibt, deren Einstellzeit maximal ist[22].
Die Fülle der Versuchsdaten erlaubt es nun, diesen Ort maximaler Einstellzeit in der Kolonne in Abhängigkeit einer Vielzahl von Betriebsparametern festzustellen und seine Verschiebung längs der Packungshöhe bei Variation dieser Bedingungen zu verfolgen. Mit der Einstellzeit T ist über die Beziehung[4]

$$T = \frac{H}{\lambda_1} \ln \frac{\varepsilon_1 W_1(z)}{\delta x}$$

auch eine Aussage über den Verlauf der ortsabhängigen ersten Eigenfunktion W_1 verknüpft, deren Maximum in der Kolonne die Stelle längster Einstellzeit festlegt (zur Bedeutung der Symbole siehe S. 74).

In der Tabelle IV ist diese ausgezeichnete Meßstelle durch ($t=\hat{z}_{max}$) gekennzeichnet, unter ($t=\hat{z}_{min}$) wird demgemäß der Ort schnellster Einstellzeit aufgeführt. Bei Symbolen dieser Spalten, die nicht durch Kommata abgetrennt sind, war experimentell keine eindeutige Festlegung möglich. Die Reihenfolge entspricht abnehmender Einstellzeit. Eingeklammerte Symbole sollten als Resultat des betreffenden Versuchs zu erwarten sein, der Konzentrationsverlauf an diesen Stellen wurde aus experimentellen Gründen jedoch nicht untersucht.

Die Verschiebung des Maximums der ersten Eigenfunktion weist eine Abhängigkeit von den Zulaufbedingungen sowie vom Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis auf, dessen Untersuchungsbereich jedoch für die einzelnen Zulaufmengen unterschiedlich ist und aufgrund der Massenbilanzen durch das Mindestrücklaufverhältnis begrenzt wird. Unabhängig davon lassen sich feste Gesetzmäßigkeiten aufzeigen. Betrachtet sei zunächst ein Zulauf, der relativ wenig leichtsiedende Komponente aufweist (x_M: 30Mol% Benzol).

Bei verschiedenen stationären Betriebszuständen, entsprechend abnehmenden L/V-Werten von 1,0 $\longrightarrow$ L/V_{min}, findet sich immer eine Verschiebung des Maximums der ersten Eigenfunktion hin zum Kolonnenkopf!

Eine hohe Zuflußmenge (F:0,54 Mol min^{-1}) ändert lediglich den Ausgangspunkt, nicht aber die Richtung der Verschiebung. Das Maximum wird in diesem Falle nur innerhalb der Verstärkersäule verschoben, während kleine und mittlere Zulaufmengen eine Verschiebung über die gesamte Füllkörperpackung, von Kolonnenblase bis zum -kopf, bedingen.

Enthält der Zufluß viel leichtsiedende Komponente (x_M:70 Mol-%-Benzol), so ist die Richtung der Verschiebung prinzipiell dieselbe, ihre Größe wird mit zunehmender Zuflußmenge jedoch stark gedämpft. Ein kleiner Zulauf (F:0,18 Mol min^{-1}) vermag bei relativ niedrigem Rücklaufverhältnis die Stelle längster Einstellzeit noch in den Verstärkerteil (III) zu verschieben, bei F:0,36 Mol min^{-1} gelingt dies nur noch im Abtriebsteil (von x_A $\longrightarrow$ I), bei F:0,54 Mol min^{-1} schließlich gar nicht mehr.

Die Ergebnisse für Zulaufbedingungen mit F:0,36 Mol min^{-1} und x_M:50 Mol-%-Benzol fügen sich dieser Systematik zwanglos ein.

In der Nähe des Maximums der ersten Eigenfunktion ist vielfach auch der Ort größter Konzentrationsänderung nach einer Störung zu erwarten, wie bereits theoretisch für eine Verstärkersäule gezeigt werden konnte[3,4]. Die experimentelle Bestätigung auch für eine Kolonne der allgemeinen Betriebsweise mit Abtriebs- und Verstärkerteil konnte an Hand von Störversuchen im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis bereits gegeben werden[23].

Tabelle IV

F: 0,36 Mol min^{-1}

L/V	x_M	z (t=max.)	z (t=min.)	x_M	z (t=max.)	z (t=min.)
1,0	30 Mol-%-Benzol	x_A,I,II	III,(x_E)	70 Mol-%-Benzol	x_A,I,II	III,(x_E)
0,972	"	x_A I,II	x_E	"	x_A,I,II	x_E
0,938	"	III,I,x_E	x_A	"	x_A,I,II III	x_E
0,911	"	x_E III,I	x_A	"	x_A,I,II III	x_E
0,882	"	x_E,III,I	x_A	"	x_A,I,II	x_E
0,817	"	x_E,III,I	x_A	"	I,x_A,II	x_E
	a)			b)		
0,972	50 Mol-%-Benzol	x_A,I,II III	x_E	50 Mol-%-Benzol	x_A,I,II III	x_E
0,913	"	x_A,I,III II	x_E			
0,875	"	x_A,I,III	x_E	"	x_A,I,III	x_E
0,828	"	x_A I, III	II,(x_E)			

Tabelle V

F: 0,18 Mol min^{-1}

L/V	x_M	z (t=max.)	z (t=min.)	x_M	z (t=max.)	z (t=min.)
1,0	30 Mol-%-Benzol	x_A,I,II	III,(x_E)	70 Mol-%-Benzol	x_A,I,II	III,(x_E)
0,971	"	I,II,x_A	x_E	"	x_A,I,II	x_E
0,929	"	x_E,III,II	x_A	"	I,x_A,II	x_E
0,894	"	x_E,III,II	x_A	"	III,x_E,II	x_A

Tabelle V

F: 0,54 Mol min^{-1}

0,971	30 Mol-%-Benzol	III, II I	x_A x_E	70 Mol-%-Benzol	x_A,I,II III	x_E
0,919	"	III,x_E,II	x_A	"	x_A,III,II I	x_E
0,882	"	III,x_E,I	x_A	"	x_A,III,I	II
0,819	"	x_E,III I x_A	II	"	x_A,III,I	II

7 [illegible]

Auch sprungförmige Störungen der Zulaufmenge wurden bereits durchgeführt, meist an Bodenkolonnen und mit kleinen Störgrößen[u.a.16,26]. Versuche an Füllkörpersäulen mit Änderungen von einem Faktor 2 der Zuflußmenge führten zu Ergebnissen, die in mehrfacher Hinsicht bedeutsam waren[23]. Bei Konstanz aller anderen Betriebsvariablen führte diese Störung

1) zur Überschneidung der stationären Profile im Abtriebsteil. An diesem ausgezeichneten Ort der Füllkörperpackung war also zu jeder Zeit $\Delta x=0$ und die physikalischen Größen des Gemisches änderten sich trotz Störung nicht. Lage und Verschiebung dieser Punkte in Abhängigkeit von den übrigen Betriebsparametern und der Störgröße zu kennen, ist für die Anbringung von Meßfühlern unerläßliche Voraussetzung, da eine Montage in diesen ausgezeichneten Packungshöhen unter bestimmten Bedingungen die Funktionsuntüchtigkeit des Meßgerätes bedeuten würde.
2) war vom Gesichtspunkt der Konzentrationsregelung her überraschend, daß sich zwar der Anreicherungsgrad des Sumpfproduktes änderte, praktisch überhaupt nicht jedoch die Konzentration des Kopferzeugnisses. Unter gewissen Bedingungen war es also möglich, die Auswirkung der Störung zumindest von der Güte eines Produktes fernzuhalten. Diese Besonderheit unterstrich die Bedeutung[24], die der Zufluß als Regelgröße für die Anreicherung in der Kolonne haben mußte. Gleichzeitig bedeutete dies die Existenz eines zweiten Punktes, der für Meßfühler ungeeignet war, diesmal am Kolonnenkopf.

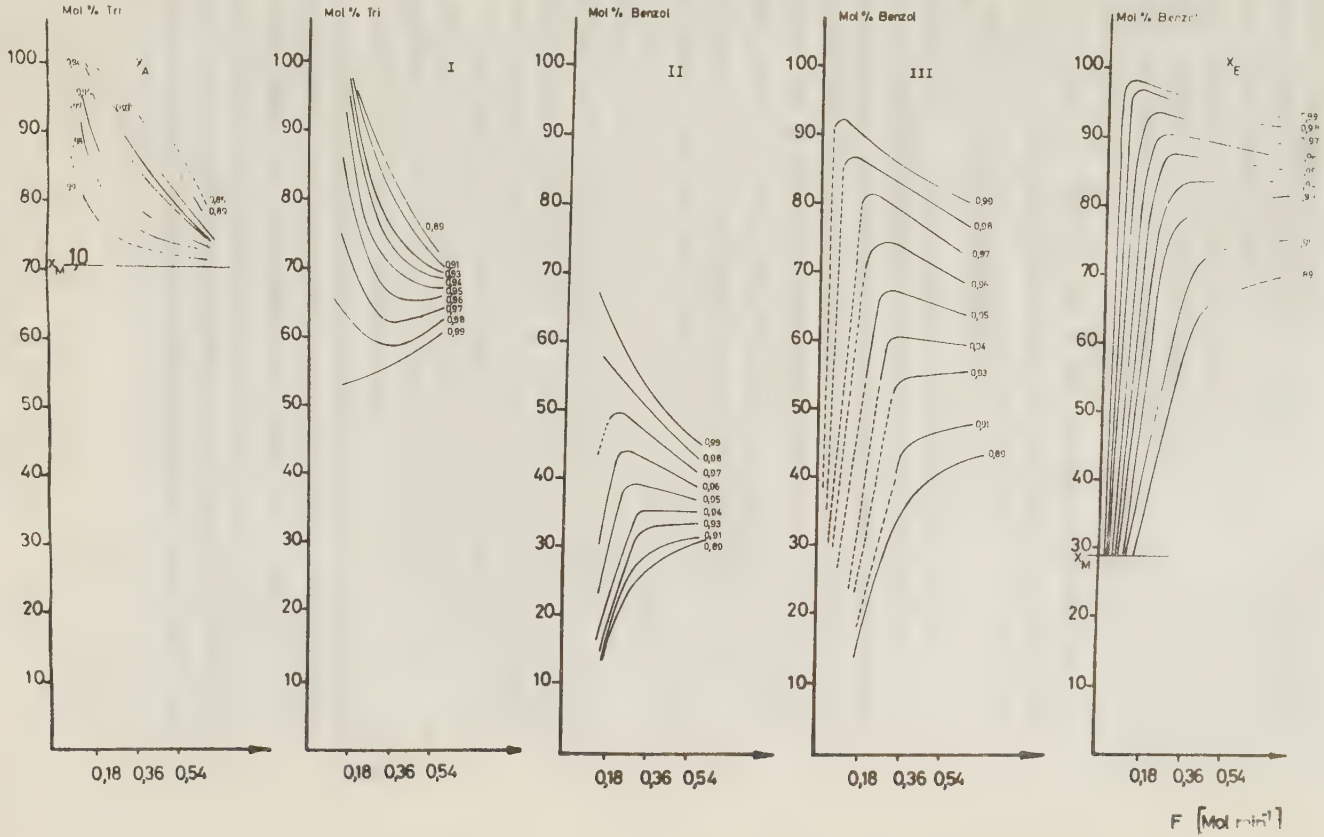
Es sei nochmals betont, daß diese Punkte ohne Konzentrationsverschiebung durch andere Einflüsse zustande kommen als die der Profile im Kap. 5.3. Dort traten sie nur bei der gleichzeitigen Änderung zweier Größen - der Zuflußkonzentration und des Flüssigkeits-Dampf Verhältnisses - auf, hier hingegen nur bei Änderung der Zuflußmenge und Konstanz aller anderen Variablen.

Es hätte einen immensen Aufwand erfordert, in Einzelversuchen den Einfluß der Zuflußzone auf die Konzentrationsregelung und die Funktionsfähigkeit von Meßfühlern zu ergründen. Die Versuchsserien waren daher so angelegt, daß die Kombination ihrer Daten auch Aufschlüsse über die Zuflußfunktionen ermöglichte. Es sind in den Abb. 37, 38 die stationären Konzentrationen jeweils einer Zulaufkonzentration für verschiedene Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisse und verschiedene Packungshöhen gegen die Zulaufmenge aufgetragen. In Abb. 37 geht der Kurvenverlauf der Meßstelle x_E immer vom zugehörigen F-Wert des Mindestrücklaufverhältnisses aus. Die Kopfkonzentration ist in diesem Fall gleich der Zulaufkonzentration, da in der Blase nichts, unter dem bestimmten minimalen Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis - abhängig von Zuflußmenge und Durchsatz[23] - am Kopf aber alles entnommen wird. Dieser Betriebszustand bedeutet für den Abtriebsteil zugleich unendlichen Rücklauf und damit höchst mögliche Güte des Blasenproduktes. Die Begrenzungslinie der Kurven für x_A stellt daher gleichzeitig die Linie maximaler Anreicherung dar.

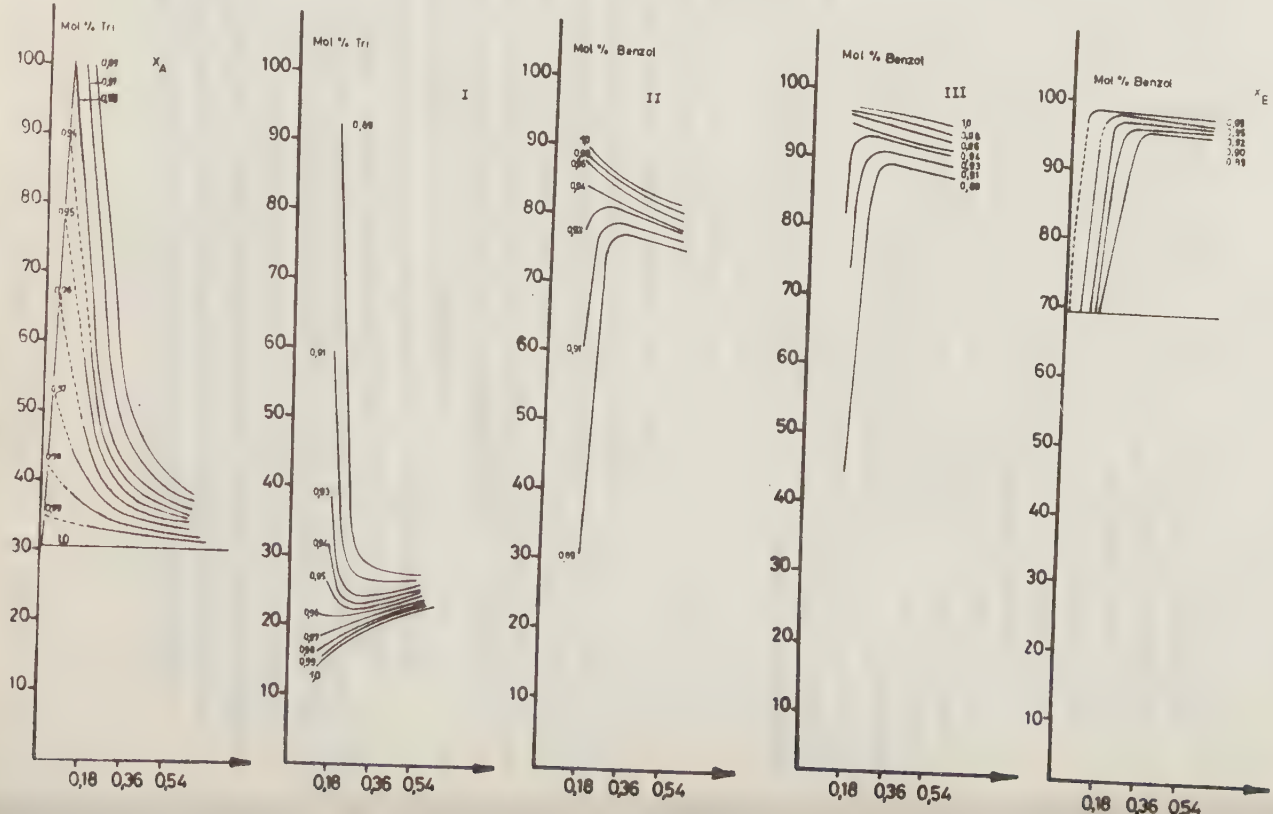
Einen optisch vergleichbaren Gang weisen jeweils Funktionen gleicher Packungshöhe auf. Der Einfluß der Zuflußkonzentration beschränkt sich auf die Verschiebung zu hohen bzw. tiefen Konzentrationswerten und die Größe des erfaßten Anreicherungsbereiches.

7.1 Anbringung von Meßfühlern

Mit Ausnahme des Ablaufs bildet sich im Verlauf aller Funktionen unter bestimmten Bedingungen ein Extremwert aus. Dieses Charakteristikum muß bei der Anbringung von Meßfühlern bereits im Planstadium der Anlage beachtet werden. Ist dies nämlich für die betroffene Kurve als $f(z, L/V, x_M)$ der Fall, liefert jeder Schnitt parallel zur Abszisse auf der Ordinate jeweils einen konstanten Konzentrationswert, auf der Abszisse jedoch hingegen, falls er durch beide Kurvenäste geht, immer zwei korrespondierende Zuflußmengen, so daß eine Vielzahl dieser


x_M = 30 Mol % Benzol
Mol % Tri
x_A
x_M 10
Mol % Tri
I
Mol % Benzol
II
Mol % Benzol
III
Mol % Benzol
x_E
x_M
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
0,18 0,36 0,54
F [Mol min^{-1}]

X_M: ~ 70 Mol % Benzol



Größen besteht, bei deren zufälliger oder willkürlicher Wahl ein Meßgerät an derselben Stelle z die Störung nicht registriert. Enthält die Kurve dagegen einen gradlinigen Teil (siehe Abb. 37, Meßstelle x_E, x_M : 30 Mol-%-Benzol, $L/V \approx 0{,}94$ oder Meßstelle III, $L/V \sim 0{,}935$), so existiert in diesem Bereich ein ganzes Kontinuum von Zuflußmenge, die bei gleichem Rücklaufverhältnis zwar alle die gleiche Kopfkonzentration, aber unterschiedliche Einstellzeiten und Sumpfkonzentrationen bedingen.

Da die Neigung, einen Extremwert auszubilden, in der Nähe eines bestimmten Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses über die gesamte Kolonnenhöhe verschwindet, kann die Funktionstüchtigkeit aller Meßgeräte am einfachsten durch eine Unterschreitung dieses Leitwertes gewährleistet werden, so ist z.B. bei der Zuflußkonzentration 30 Mol-%-Benzol ein einwandfreies Funktionieren für alle L/V-Größen $< 0{,}94$ zu erwarten.

Aufgrund dieser Ergebnisse kann kein allgemeines Rezept zur Anbringung von Meßfühlern empfohlen werden. Der Anbringungsort muß sich vielmehr nach der gewünschten Trennleistung – damit also dem projektierten Rückflußverhältnis der Kolonne – und nach der evtl. zu erwartenden Größe der Störung in F, sei es unbeabsichtigt oder berechnet, richten. Von der Funktionssicherheit eines Meßfühlers im Abtriebsteil der Säule her kann, unabhängig von speziell günstigeren Lösungen, immer die Anbringung in unmittelbarer Nähe des Ablaufs bzw. in der Blase direkt empfohlen werden, da die dortigen Funktionen keine Extremwerte aufweisen. Diese Empfehlung gilt jedoch nicht beim Vorliegen eines großen Blaseninhaltes, da dieser die schnelle Registrierung von Störungen (siehe Kap. 4.1) stark beeinträchtigt.

7.2 Bedeutung der Zuflußgröße für die Konzentrationsgrenzen

Bei der Diskussion der Diagramme sei auf Gesichtspunkte der Rentabilität an dieser Stelle verzichtet, sie läßt sich ferner auf die Kurven der beiden Entnahmestellen, Kopf x_D und Blase x_A, beschränken, da diese allein von Einfluß auf die Produktkonzentrationen sind. Betrachtet sei zunächst der Funktionsverlauf für den Kolonnenkopf.
Ausgehend von den Bedingungen des Mindestrücklaufverhältnisses (totale Entnahme am Kopf), nehmen die Kurven zunächst einen sehr steilen Verlauf an. Mit relativ kleinen Vergrösserungen der Zulaufmenge lassen sich dabei beträchtliche Verbesserungen der Trennwirkung erreichen. Gleichzeitig bedeutet dies im Bereich kleiner Zuflußgrößen eine empfindliche Anfälligkeit für Stabilitätsstörungen dieses Parameters. Die Störauswirkungen erreichen hier ihren maximalen Wert. Die Anreicherung an leichter siedender Komponente wird mit steigender Zulaufmenge dann langsam geringer, bis sich bei einem gewissen Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis (Abb. 37, L/V:0,94) Konstanz der Endkonzentration einstellt. Die Betriebssicherheit bei Störungen in F ist unter diesen Bedingungen für das Kopfprodukt maximal.
Eine weitere Erhöhung des Rückflußverhältnisses führt zur Ausbildung eines Maximums, nach dessen Überschreitung eine Erhöhung des Zuflusses mit einer Konzentrationsverschlechterung verbunden ist. Mit Annäherung an das Rückflußverhältnis ∞ wird das Maximum ausgeprägter und verschiebt sich zu kleinen Zuflußgrößen hin. Das Maximum einer Kurve selbst stellt für ein gegebenes Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis die maximal zu erzielende Anreicherung an leichter siedender Komponente dar, und zwar ausschließlich als Funktion von F.

Die Funktionen des Ablaufs enthalten keine Extremwerte. Ausgenommen der Kurven ist die Linie maximaler Anreicherung

(siehe Kap. 7). Bedingt durch die Kopplung von Abtriebs- und Verstärkerteil entspricht einem hohen Rückflußverhältnis am Kopf schlechte Anreicherung schwersiedender Komponente im Ablauf und umgekehrt. Da eine Vergrößerung der Fördermenge hier eindeutig konzentrationsverschlechternde Tendenz zeigt, kann der Anreicherungseffekt kleiner Zuflußgrößen nur bei relativ niedrigen Rückflußverhältnissen voll ausgenutzt werden. Die Ausführungen über Betriebssicherheit in diesem Bereich behalten dabei ihre volle Gültigkeit.

Da bei einer kontinuierlichen Destillation meist Wert auf gewisse Qualitätsnormen beider Produkte gelegt wird, ist die Wahl des Kopf- oder blasenseitiges Optimums nur selten möglich. Je nach Forderung wird man sich auf einen Kompromiß einigen müssen; Grundlage des optimalen Kompromisses bilden jedoch ebenfalls die Zuflußfunktionen für Kopf und Blase. Zwei Beispiele mögen die Möglichkeiten der Regelung unterstreichen.

a) Bei einer Zuflußkonzentration von x_M: 30 Mol-%-Benzol ist ein Konzentrationswert des Kopfproduktes gefordert, der bei über 80 Mol-%-Benzol liegen soll. Dieser Wert soll unter allen Umständen konstant gehalten werden, während für das Sumpfprodukt je nach Bedarf eine variable Konzentration von 80 $\pm$ 5 Mol-%-Trichloräthylen angestrebt wird.
   Aufgrund der Diagramme wird man zur Bewältigung dieser Aufgabe ein L/V von 0,94 wählen, ein F von $\sim$0,45 Mol min^{-1} und hat, indem man F von $\sim$0,36 $\longrightarrow >$ 0,54 Mol min^{-1} ändert, stets ein konstantes x_g von $\sim$ 83,5 Mol-%-Benzol, während das Sumpfprodukt seine Konzentration von 88 $\longrightarrow <$ 76 Mol-%-Trichloräthylen als Funktion der jeweiligen Zuflußgröße kontinuierlich ändern kann.

b) Sollte es erforderlich sein, während des Betriebs die Ablaufkonzentration über einen größeren Bereich in einem einmaligen Vorgang neu einzustellen, ohne daß sich dabei

die Zusammensetzung des Kopfproduktes änderte, so gelänge dies beispielsweise durch folgende Regelung:
ausgehend von den stationären Betriebsbedingungen

x_M : 30 Mol-%-Benzol, L/V : 0,907, F : 0,65 Mol min^{-1},

erhält man die Produktkonzentrationen

x_E : 90 Mol-%-Benzol, x_A : 74,3 Mol-%-Trichloräthylen.

Durch Verminderung der Zuflußmenge auf F : 0,15 Mol min^{-1} ändert sich zwar die Kopfkonzentration - und Erzeugnismenge - nicht, dagegen steigt die Blasenkonzentration auf 95 Mol-%-Trichloräthylen - die Produktquantität fällt natürlich.

Falls die schnelle Produktion des Kopferzeugnisses vorrangig sein sollte, erst in zweiter Linie die des hochangereicherten Trichloräthylens, kann dieser Schaltvorgang beim Anfahren der Anlage auch zur Verkürzung der Einstellzeit dienen - hohe Zuflußmenge = schnelle Einstellzeit. Dafür stellt sich die gewünschte hohe Blasenkonzentration nach dem Umschalten auf die kleine Fördermenge nur langsam ein.

8 VERKÜRZUNG DER EINSTELLZEIT

8.1 Durch "Überdestillation"

Auch bei einer Kolonne mit seitlichem Zulauf kann in der Anfahrphase zur schnelleren Einstellung des stationären Betriebszustandes grundsätzlich das Verfahren der "Überdestillation" verwendet werden, das erstmalig für die kontinuierliche Verstärkersäule erarbeitet wurde[3,4]. Unter Konstanz aller anderen Parameter- es wird nur über L/V geregelt - wählt man dabei zunächst ein höheres Rückflußverhältnis als für die gewünschte Trennung erforderlich. Sobald die Konzentrationen dann ein zeitliches Profil erreicht haben, dessen Verlauf bzw. dessen Produktkonzentrationen den gewünschten stationären Werten entsprechen, wird auch das Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis auf den stationären Wert dieses Profils umgestellt. Der Zeitgewinn beim Anfahren ist beträchtlich. Durch eine Kopplung von Abtriebs- und Verstärkerteil ist die Einstellung von zwei Produktqualitäten, x_A und x_E, nach diesem Verfahren jedoch nur selten möglich. Wird nur die Konzentration eines Erzeugnisses angestrebt, ist die Methode über einen weiten Bereich anwendbar.

8.2 Unter Gesichtspunkten des optimalen Betriebszustandes

Optimaler als die "Überdestillation" ist jedoch eine Lösung, die schon vor Destillationsbeginn aufgrund von Prioritätsbedingungen aller interessierenden Faktoren die günstigsten Parametergrößen für die Gesamtdauer des Betriebes auswählt. Die Einstellzeit ist dann nur einer dieser relativen Faktoren, zu denen vorrangig noch gehören:

a) Konzentration und Menge x_A
b) Konzentration und Menge x_E

Je nach der Prioritätenfolge der Faktoren wird man seine Bedingungen treffen. Zu den Grundlagen der Beurteilung gehört also die Kenntnis der

a) Abhängigkeit der stationären Konzentrationen von F, L/V, x_M

b) Abhängigkeit des die Einstellzeit bestimmenden ersten Eigenwertes $\frac{\lambda_H^1}{H}$ von F, L/V, x_M (s. Kap. 4-7)

Aus der Kombination dieser Daten lassen sich dann die verschiedenen Betriebsbedingungen finden und vergleichen. Die Tabelle V zeigt diese Zusammenstellungen am Beispiel einer geforderten festen Kopfkonzentration,

z.B. das Zulaufgemisch mit x_M = 30 Mol-%-Benzol soll auf x_E = 70 Mol-%-Benzol angereichert werden. Dies ist, da die Tabelle sich auf 3 Meßserien bezieht, jeweils mit verschiedenen Rückflußverhältnissen bei allen drei Zuflußmengen möglich.

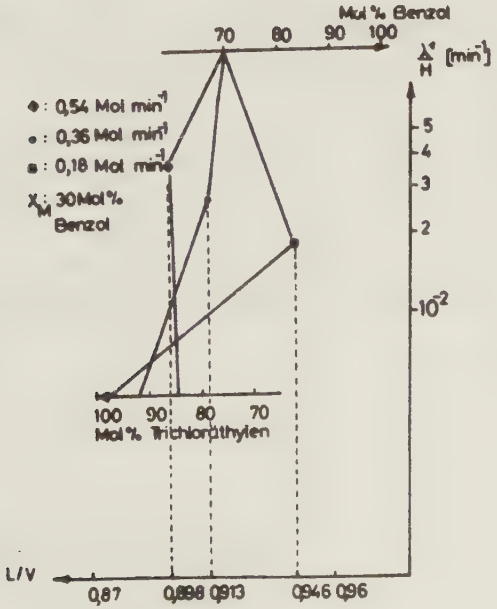


Abb. 39

Die Faktoren Menge x_E, Einstellzeit, Menge und Konzentration x_A sollen optimal aufeinander abgestimmt sein. In der Diskussion weist F : 0,18 Mol min^{-1} das ungünstigste Gesamtergebnis auf. Einmal ist die Einstellzeit unter diesen Bedingungen am längsten (> 4 Std. gegenüber ~ 120 min und ~ 90 min; mit steigendem Zufluß abnehmend), zum anderen auch das Rückflußverhältnis am größten, d.h. die pro Zeiteinheit anfallende Menge Kopfprodukt ist bei jeweils konstantem Durchsatz ebenfalls am kleinsten. Lediglich die Blasenkonzentration ist maximal, jedoch im Betrag nur ~ 5 % höher als bei der nächst größeren Zuflußmenge F : 0,36 Mol min^{-1}. Im Gegensatz dazu sind bei der Zuflußgröße F : 0,54 Mol min^{-1} Einstellzeit, Kopf- und Sumpfproduktmenge optimal, während die Ablaufkonzentration nur ~ 84 Mol-%-Trichloräthylen beträgt. Somit dürfte die Beurteilung dieses Faktors von entscheidender Bedeutung für die Wahl der Destillationsbedingungen sein. Bei einer Forderung nach höherer Sumpfkonzentration kämen nur noch die Bedingungen mit F : 0,36 Mol min^{-1} in Frage. Im Vergleich mit der höheren Zuflußmenge steht hier die Quantität des leichtsiedenden Erzeugnisses außerdem kaum zurück (0,12 gegen 0,14 Mol min^{-1}). Die Sumpfproduktmenge ist jedoch um einen Faktor ~ 1,7 kleiner.
Selbst in diesem Falle wird man aber in der Anfahrphase der Kolonne zweckmäßig die schnelle Einstellzeit des hohen Zulaufs ausnutzen und erst anschließend mit einem neuen Regelbefehl - F : 0,36 Mol min^{-1}, L/V : 0,913 - die Konzentration im Ablauf erhöhen. In ähnlicher Weise kann man jede gewünschte Parameterkombination für Kopf und Sumpf der Kolonne betrachten.

Tabelle 1

Betriebsparameter bezüglich einer vor gegebenen Konzentration

% Benzol	L/V	F Mol min^{-1}	X_M Mol-% Benzol	α_A Mol-% Tri	λ^1/E min^{-1}
40	0,905	0,36	30	98	$4,83 \cdot 10^{-2}$
	0,908	0,18	30	99,5	3,55 "
	0,854	0,36	30	96,3	3,39 "
40	0,927	0,18	30	99,3	2,68 "
	0,865	0,54	30	87,4	4,37 "
60	0,890	0,36	30	94,0	3,2 "
	0,937	0,18	30	98,7	2,2 "
	0,898	0,54	30	84,5	3,7 "
	0,913	0,36	30	92,0	2,73 "
70	0,946	0,18	30	97,5	1,84 "
	(L/V min)	0,36	70	100	
	(L/V min)	0,18	70	99,3	2,5 "
	0,928	0,54	30	82,0	2,98 "
	0,932	0,36	30	89,4	2,32 "
80	0,954	0,18	30	95,9	1,51 "
	0,775	0,36	70	95,2	--
	0,895	0,18	70	97,3	2,52 "
	0,965	0,54	30	76,7	3,43 "
	0,959	0,36	30	83,4	2,5 "
90	0,965	0,18	30	93,0	1,1 "
	0,811	0,54	70	52,2	5,22 "
	0,813	0,36	70	79,2	1,4 "
	0,906	0,18	70	92,2	2,03 "
	1,0	0,54	30	70,7	5,0 "
	0,985	0,36	30	75,3	3,84 "
95	0,974	0,18	30	90,0	1,0 "
	0,883	0,54	70	42,2	5,7 "
	0,878	0,36	70	55,1	2,93 "
	0,918	0,18	70	81,2	1,55 "

3.3 Einstellzeitverkürzung nach einer Konzentrationsstörung im Zulauf

Bei einer Störung der Zulaufkonzentration sind zwei Möglichkeiten der Regelung denkbar. Ist die Störung relativ klein, so wird die Erhaltung der Betriebssicherheit, d.h. konstante Produktkonzentrationen, vorrangig sein. Probleme dieser Art gehören zum eigentlichen Arbeitsbereich des Betriebsregeltechnikers. Ist der Umfang der Störung jedoch größer, wird man wahrscheinlich neue Normen der Produktqualität festlegen. Dieser Fall sei hier betrachtet.
Aus der Kenntnis der Übergangsfunktionen des Ablaufs und des Kolonnenkopfes im gesamten Bereich des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses lassen sich für diese Störart Diagramme konstruieren, die bei der schnellen Einstellung der neuen Produktkonzentrationen von Nutzen sein können. Werden die zeitlichen Konzentrationen zwischen 0 und ∞ gegen das Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis aufgetragen, so ergeben sich Diagramme nach Art der Abb. 40.
Bei Annäherung an den stationären Zustand kommt in den Kurven die verzögernde Wirkung des Eigenwertminimums beim Einstellvorgang besonders gut zum Ausdruck. Eine Steigerung der Zulaufmenge ändert den charakteristischen Gang der Kurven nicht, verwischt aber durch die größere L/V-Skala die Schärfe ihrer Form. Die Möglichkeiten, die ein solches Diagramm bietet, seien an zwei Beispielen dargelegt.

a) (entspricht in Abb. 40 der --●-- Markierung)
Die Kolonne hat folgenden stationären Betriebszustand:
Zulaufkonzentration x_M = 30 Mol-%-Benzol
Zulaufmenge F = 0,18 Mol min^{-1}
Flüssigkeits-Dampfverh. L/V = 0,960
Kopfprodukt x_E = 85,5 Mol-%-Benzol
Sumpfprodukt x_A = 94,5 Mol-%-Tri
In der Zulaufkonzentration erfolgt jetzt eine sprungartige Störung um 40 %, so daß sie jetzt 70 Mol-%-Benzol beträgt.

Danach sollen die Produkte ~ 90 Mol-%-Benzol bzw. Trichloräthylen aufweisen.

Zunächst wird kein Regelbefehl gegeben. Die Konzentrationen bewegen sich jetzt auf der L/V-Achse : 0,960 von $0 \longrightarrow \infty$. Jeder Schnitt parallel zur Ordinate ergibt die Übergangsfunktion der Störung beim angegebenen Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis. Nach 25 min schaltet man auf den erforderlichen L/V-Wert um, in diesem Falle auf L/V = 0,908, und erhält die neuen stationären Konzentrationen x_E = 91 Mol-%-Benzol und x_A = 91 Mol-%-Trichloräthylen. Die Einstellzeit bei sofortigem Umstellen betrüge ~ 1 1/2 Std.
Die Zeitgewinne können besonders groß werden, wenn lange Einstellzeiten allein schon durch eine kleine Zuflußmenge erzwungen werden.

b) (ist in Abb. 40 durch -.-■-.- gekennzeichnet)
Die Kolonne arbeitet unter folgenden Bedingungen:
Zuflußmenge F = 0,18 Mol min^{-1}
Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis L/V : 0,958
Zulaufkonzentration : 30 Mol-%-Benzol
Sumpfprodukt x_A : 95 Mol-%-Trichloräthylen
Kopfprodukt x_E : 85 Mol-%-Benzol

Nach einer Änderung der Zuflußkonzentration auf 70 Mol-%-Benzol soll das Sumpfprodukt noch einen Gehalt von 80 Mol-%-Trichloräthylen aufweisen, eine bestimmte Kopfkonzentration wird nicht gefordert. Dieser Bedingung genügt im stationären Fall ein L/V von 0,923. Bei sofortiger Wahl dieses Wertes beträgt die Einstellzeit > 7 Std. Läßt man die Konzentration zunächst beim alten Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis absinken, so kann nach ~ 95 min das endgültige Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis L/V = 0,923 eingestellt werden; x_E beträgt nach 95 min ~ 96,5 Mol-%-Benzol, im stationären Zustand mit L/V = 0,923 hat x_E dann den Wert 96 Mol-%-Benzol.
Es muß jedoch betont werden, daß sich ein Fall wie a), der beide Endkonzentrationen vorschreibt, nur selten ohne Ände-

rung eines weiteren Betriebsparameters realisieren läßt. Wird nur x_A bzw. x_E vorgeschrieben, ist die Methode in einem weiten Konzentrationsbereich anwendbar. Regelungen dieser Art lassen sich auch für höhere [illegible]mengen und analoge Störungen durchführen.

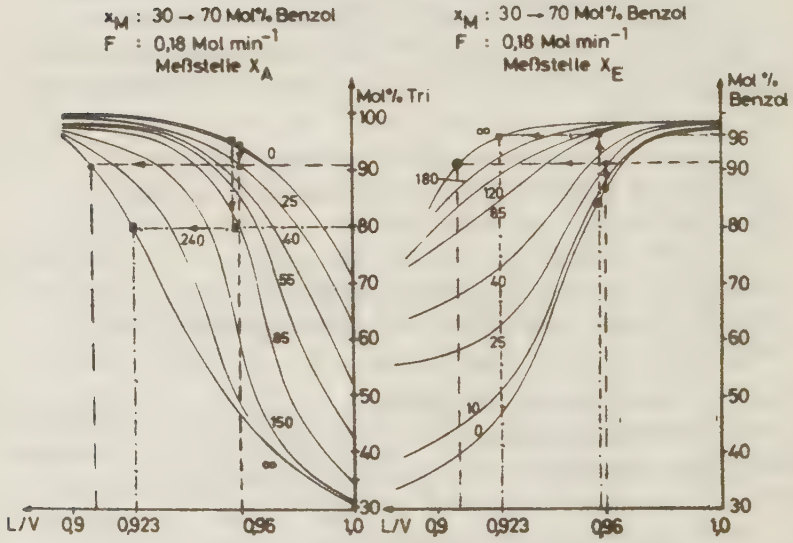


Abb. 40

9 ZUSAMMENFASSUNG

Es bestand die Aufgabe, das dynamische Verhalten einer kontinuierlich arbeitenden Füllkörperkolonne mit Abtriebs- und Verstärkerteil zu klären und die Funktionen der wichtigsten Betriebsparameter für eine Optimierung der Prozeßsteuerung und Konzentrationsregelung zu untersuchen.

1) Für den Zulauf der Kolonne wurde ein System entwickelt, das die Einbeziehung der beiden Variablen dieses Parameters, Zuflußmenge und -konzentration, in die Untersuchungen erlaubte. Zur weitgehenden Klärung der anstehenden dynamischen Probleme konnten die Experimente auf alle wichtigen Betriebsgrößen ausgedehnt werden.

2) Es wurden sprungförmige Änderungen im Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis und extreme Störungen der Zulaufkonzentration in weiten Bereichen jeweils verschiedener Betriebsbedingungen vorgenommen.

3) Die Versuche ergaben, daß sich die Konzentrationsabweichungen nach einer Störung - unabhängig von deren Art und Richtung - ihren stationären Endwerten längs der Kolonne exponentiell nähern und unter idealen Bedingungen durch einen ortsunabhängigen ersten Eigenwert chrakterisiert werden. Eine Vergrößerung des Sumpfinhaltes über einen bestimmten kritischen Wert hinaus führt zu einem nichtidealen Betriebsverhalten der Säule, das mit den Destillationsvariablen gekoppelt und durch starke Anomalien der Eigenwerte im Abtriebsteil gekennzeichnet ist.

Der erste Eigenwert durchläuft bei Änderung des Flüssigkeits-Dampf-Verhältnisses unter sonst konstanten Bedingungen ein Minimum. Die Lage dieses ausgezeichneten Punktes hängt außerdem von Menge und Konzentration des Zulaufes ab, sie unterscheidet sich aber charakteristisch von den Eigenwertminima einer kontinuierlichen Verstärkersäule. In der Umgebung eines Minimums klingen selbst kleine Störungen aller Parameter nur langsam ab. Eine extreme

Konzentrationsstörung kann in diesem Bereich zur Überschneidung von Übergangsfunktionen in Abtriebs- und Verstärkerteil führen und dort kurzfristig den normalen Konzentrationsverlauf umkehren. Der Effekt läßt sich durch das gleichsinnige Zusammenwirken von Mischvorgängen und Störungen der Wärmebilanz beim Stoffaustausch zwanglos erklären.

4) Zugleich mit dem ersten Eigenwert konnte auch der Verlauf der zugehörigen ersten Eigenfunktion und ihre Abhängigkeit von den Zulaufgrößen und dem Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis festgelegt werden. Die Funktion durchläuft längs der Kolonne ein Maximum, das gleichbedeutend mit dem Ort längster Einstellzeit ist.

5) Bei sprungförmigen Störungen der Zulaufmenge können in der Kolonne Überschneidungen der stationären Ausgangs- und Endprofile auftreten. Diese Punkte sind für die Anbringung von Meßfühlern zu Regelzwecken nicht geeignet. Durch die Konstruktion von Zuflußfunktionen, die den Einfluß der Zuflußmenge auf die Trennwirkung der Kolonne wiedergeben, wird die vollständige Erfassung dieser Punkte unter allen Betriebsbedingungen möglich. Für die Anbringung von Meßfühlern läßt sich danach kein allgemeines Rezept formulieren. Der Ort ihrer Montage muß sich vielmehr individuell nach der projektierten Dimensionierung der Anlage richten.
Die charakteristische Ausbildung eines Maximums im Funktionsverlauf kann zu vielfältigen Möglichkeiten einer optimalen Konzentrationsregelung genutzt werden.

6) Die Untersuchung der [illegible]funktionen zeigte ferner, daß bestimmte Betriebsbedingungen existieren, unter deren die Stufenzahl der Kolonne einen Maximalwert erreicht. Die Destillation in diesem Bereich kann bei gleichzeitiger

Stabilisierung angeschlossener Verbundkolonnen zu einer erheblichen Verminderung des bisher erforderlichen Regelaufwandes führen.

7) Aus der Kenntnis der funktionellen Zusammenwirkung der Einzelparameter sowie von Diagrammen der Übergangsfunktionen ergeben sich mehrere Möglichkeiten, die Einstellzeiten einer Kolonne bedeutend zu verkürzen.

8) Die experimentellen Ergebnisse führen zu engen Zusammenhängen mit theoretischen Untersuchungen über kontinuierlich arbeitende Füllkörperkolonnen, die nur aus einem Verstärkerteil bestehen, sie bestätigen sie und legen die mögliche Übertragung auch auf die allgemein kontinuierliche Betriebsweise nahe.

10 LITERATUR- UND SYMBOLVERZEICHNIS

1	R. Billet,	"Optimierung in der Rektifiziertechnik", B.I-261
2	K. Bieler Farbwerke Hoechst	"Simulierung einer geregelten Zweistoff-Feintrennanlage", unveröffentlicht
3	F. Heinke	Dissertation, Göttingen 1965
4	F. Heinke, H.Gg. Wagner	Zum dynamischen Verhalten von Füllkörperkolonnen, Chem.-Ing.-Techn. 38 (1966) 12, 1252-1259
5	J. Hengstenberg, B. Sturm, O. Winkler	Messen und Regeln in der Chemischen Technik, Springer-Verlag 1957
6	E. Weis,	ETZ, Bd. 64 (1943) H. 19, S. 267
7	W. Oppelt	Regelung von Destillationskolonnen Dechema-Monographien, Band 16 (1951) 152-164
8	G. Bogenstätter K. Hengst	Regelung von Destillationskolonnen Chem.-Ing.-Techn. 31 (1959), 429-431
9	K. Hengst, A. Meier	Versuche zur automatischen Regelung von Destillationskolonnen, R.T. 3 (1955), 219-225 u. 243-248
10	A. Hupe	Über die Regelung kontinuierlich arbeitender Destillationskolonnen Dechema Monographien 37 (1960), 79-171
11	B. Engelhard	Untersuchung des stationären Verhaltens geregelter Rektifizierkolonnen, Dissertation TH München, 1966
12	J.E. Rijnsdorp, J.A. van Kampen, and H. Bollen	Automatic feedback control of two produkt qualities of a distillation column, Third IFAC Longress, London 1966, Paper 32 B.
13	[illegible] Webber	Response of Concentrations in a Distillation Column to Disturbances in the Feed Composition, Plant and Process Dynamic Characteristics 75-100

14	R.F. Jackson, L.R. Pigford	Rate of Approach to Steady State by Distillation Column, Ind. Eng. Chem. 48 (1956), 1020-26
15	H.H. Rosenbrock	An Investigation of the Transient Response of a Distillation Column, Trans. Instr. Chem. Engrs. 35 (1957), 347-351
16	W.L. Wilkinson, W.D. Armstrong	An Approximale Method of Predicting Composition Response of a Fractionating Column, Chem. Eng. Sci. 7 (1957), 1-7
17	J.F. Anderson	Dynamic Behavior and Feed-Forward Control of a Binary Distillation Column, Ph.D. Thesis, U. Of Delaware 1964
18	J.A. Gerster	Transient Response of a Distillation Column, Dechema-Monographien, Band 53 (1965), 233-249
19	N.J. Tetlow, D.M. Groves, and C.D. Holland	A Generalized Model for the Dynamic Behavior of a Distillation, Column, AIChE, 13 (1967) 3, 476-485
20	R.M. Wood	The Frequency Response of Multicomponent Distillation Columns, Trans. Instn. Chem. Engrs. 45 (1967) T 190-T 195
21	P. Heinke, F. Langers und H.Gg. Wagner	Dynamisches Verhalten einer Füllkörperkolonne bei sprungförmigen Änderungen des Rückflußverhältnisses, Chem. Ing. Techn. 37 (1965) 7, 681-687
22	P. Heinke	Diplomarbeit, Göttingen 1963
23	G. Hiller	Diplomarbeit, Göttingen 1967
24	O. Winkler	Erfahrungen mit Prozeßrechnern Chem. Ing. Techn. 40 (1968), 14, 683-689
25	A. Rose, Th. J. Williams	Automatic Control in Continuos Distillation, Ind. Engng. Chem. 47 (1955) 2284-2289
26	A. Rose Th. J. Williams R.T. Harnett	Automatic Control in Continuos Distillation, Ind. Engng. Chem. 48 (1956) 1008-1019

SYMBOLE

X	Konzentration einer Komponente an beliebiger Stelle der Kolonne
X_M, F	Zuflußkonzentration und -menge
X_E, E	Konzentration und Menge des Kopfproduktes
X_A, A	Konzentration und Menge des Blasenproduktes
X_{FS}	Konzentration in der obersten Packungsschicht der Abtriebssäule
Δx_{t} n-m	Betrag der Überschneidung bzw. Annäherung der Konzentrationen an den angegebenen Meßstellen zu Beginn der Störung, meist zur Zeit t = 10 min
Δx_{∞} n-m	Konzentrationsdifferenz zwischen den angegebenen Meßstellen im stationären Betriebsfall
L/V	Flüssigkeits-Dampf-Verhältnis
V	Durchsatz
T	Einstellzeit
λ^1/H	erster Eigenwert
g_1	Koeffizient der ersten Eigenfunktion
δx	Konzentrationsdifferenz zum stationären Endwert
W_1	erste Eigenfunktion
z	Ortskoordinate der Füllkörperpackung
$z_{t=max}$	Ort maximaler Einstellzeit längs der Kolonne
$z_{t=min}$	analog, Ort schnellster Einstellzeit
H	Betriebsinhalt der Kolonne

Lebenslauf

Am 17. Januar 1945 wurde ich als Sohn des Kfz.-Elektromeisters Alexander Hiller und dessen Ehefrau Hedwig, geb. Steinborn, in Bromberg geboren.

Von 1951 bis 1955 besuchte ich die Volksschule in Cuxhaven, anschließend den altsprachlichen Zweig des dortigen Gymnasiums für Jungen, das ich im Februar 1963 mit dem Zeugnis der Reife verließ.

Seit dem Sommersemester 1963 bin ich an der mathematisch-naturwissenschaftlichen Fakultät der Universität Göttingen mit dem Studienfach Chemie immatrikuliert. Im Juli 1966 legte ich das Diplomvorexamen und im Februar 1967 das Diplomhauptexamen in Chemie ab.

Ich bin seitdem als wissenschaftlicher Mitarbeiter und ab Februar 1968 auch als Verwalter einer wissenschaftlichen Assistentenstelle am Institut für Physikalische Chemie der Universität Göttingen tätig gewesen. Während dieser Zeit hatte ich Gelegenheit, die Untersuchungen für die vorliegende Dissertation unter der Leitung von Herrn Prof. Dr. W. Jost und Herrn Prof. Dr. H.Gg. Wagner auszuführen.